

## TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

PCT

## NOTIFICATION D'ELECTION

(règle 61.2 du PCT)

Expéditeur: le BUREAU INTERNATIONAL

Destinataire:

Commissioner  
 US Department of Commerce  
 United States Patent and Trademark  
 Office, PCT  
 2011 South Clark Place Room  
 CP2/5C24  
 Arlington, VA 22202  
 ETATS-UNIS D'AMERIQUE

en sa qualité d'office élu

Date d'expédition (jour/mois/année) 29 octobre 2001 (29.10.01)	
Demande internationale no PCT/FR00/02668	Référence du dossier du déposant ou du mandataire SPX-PCT-7
Date du dépôt international (jour/mois/année) 27 septembre 2000 (27.09.00)	Date de priorité (jour/mois/année) 27 septembre 1999 (27.09.99)
Déposant PERRUT, Michel etc	

1. L'office désigné est avisé de son élection qui a été faite:

dans la demande d'examen préliminaire international présentée à l'administration chargée de l'examen préliminaire international le:

17 avril 2001 (17.04.01)

dans une déclaration visant une élection ultérieure déposée auprès du Bureau international le:

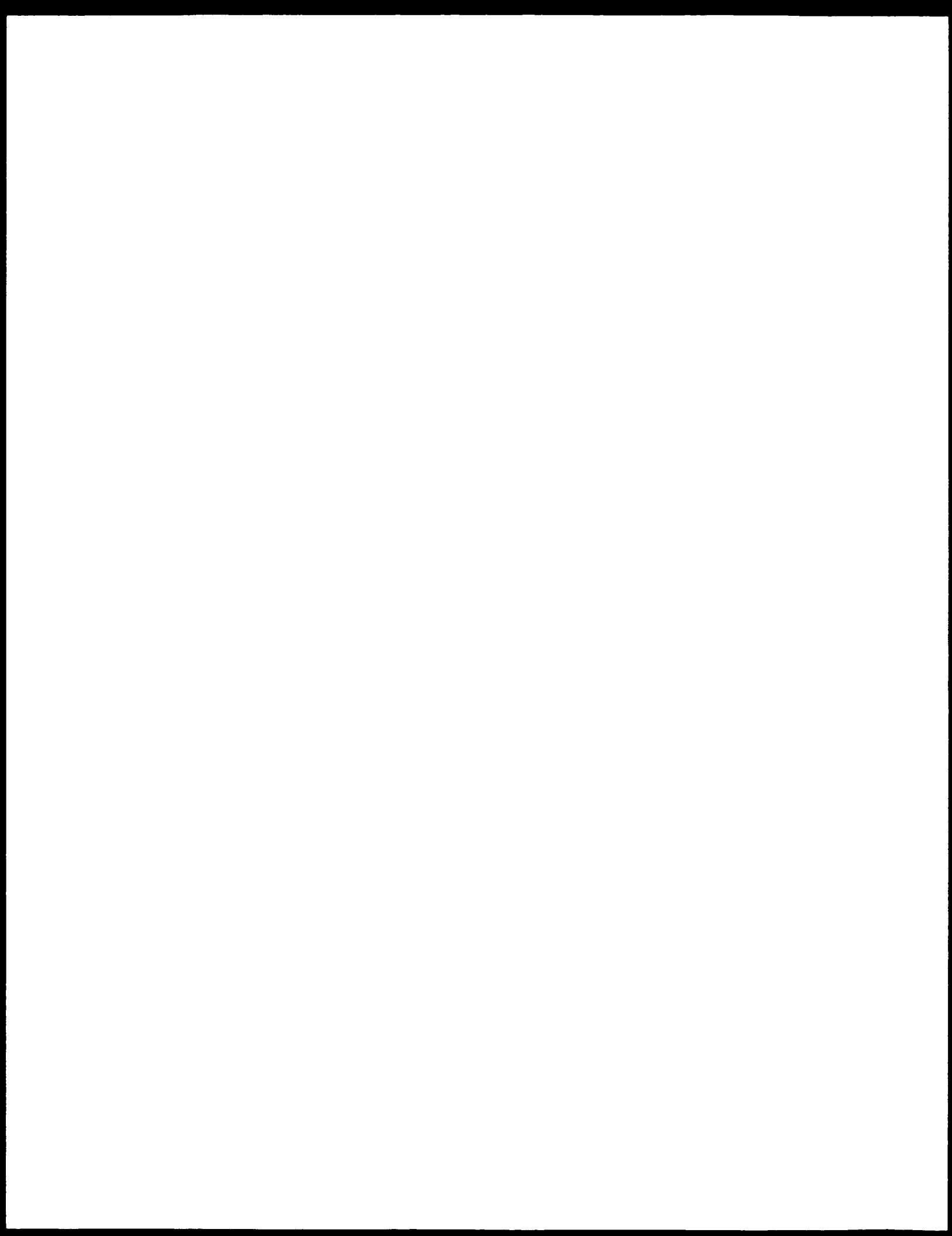
\_\_\_\_\_

2. L'élection  a été faite

n'a pas été faite

avant l'expiration d'un délai de 19 mois à compter de la date de priorité ou, lorsque la règle 32 s'applique, dans le délai visé à la règle 32.2b).

Bureau international de l'OMPI 34, chemin des Colombettes 1211 Genève 20, Suisse  no de télécopieur: (41-22) 740.14.35	Fonctionnaire autorisé  Sean Taylor  no de téléphone: (41-22) 338.83.38
--	---



## TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

PCT

NOTIFICATION DE L'ENREGISTREMENT  
D'UN CHANGEMENT(règle 92bis.1 et  
instruction administrative 422 du PCT)

Date d'expédition (jour/mois/année) 29 octobre 2001 (29.10.01)
Référence du dossier du déposant ou du mandataire SPX-PCT-7
Demande internationale no PCT/FR00/02668

Expéditeur: le BUREAU INTERNATIONAL

Destinataire:

PIIROUX, Guy  
 Conseils en Propriété Industrielle  
 Cabinet Bruder  
 3, avenue Bugeaud  
 F-75116 Paris  
 FRANCE

## NOTIFICATION IMPORTANTE

Date du dépôt international (jour/mois/année)  
27 septembre 2000 (27.09.00)

1. Les renseignements suivants étaient enregistrés en ce qui concerne:

le déposant     l'inventeur     le mandataire     le représentant commun

Nom et adresse  BRUDER, Michel Cabinet Bruder 46, rue Decamps F-75116 Paris FRANCE	Nationalité (nom de l'Etat)	Domicile (nom de l'Etat)
	no de téléphone 0140 72 27 72	
	no de télécopieur 0140 72 27 80	
	no de téléimprimeur	

2. Le Bureau international notifie au déposant que le changement indiqué ci-après a été enregistré en ce qui concerne:

la personne     le nom     l'adresse     la nationalité     le domicile

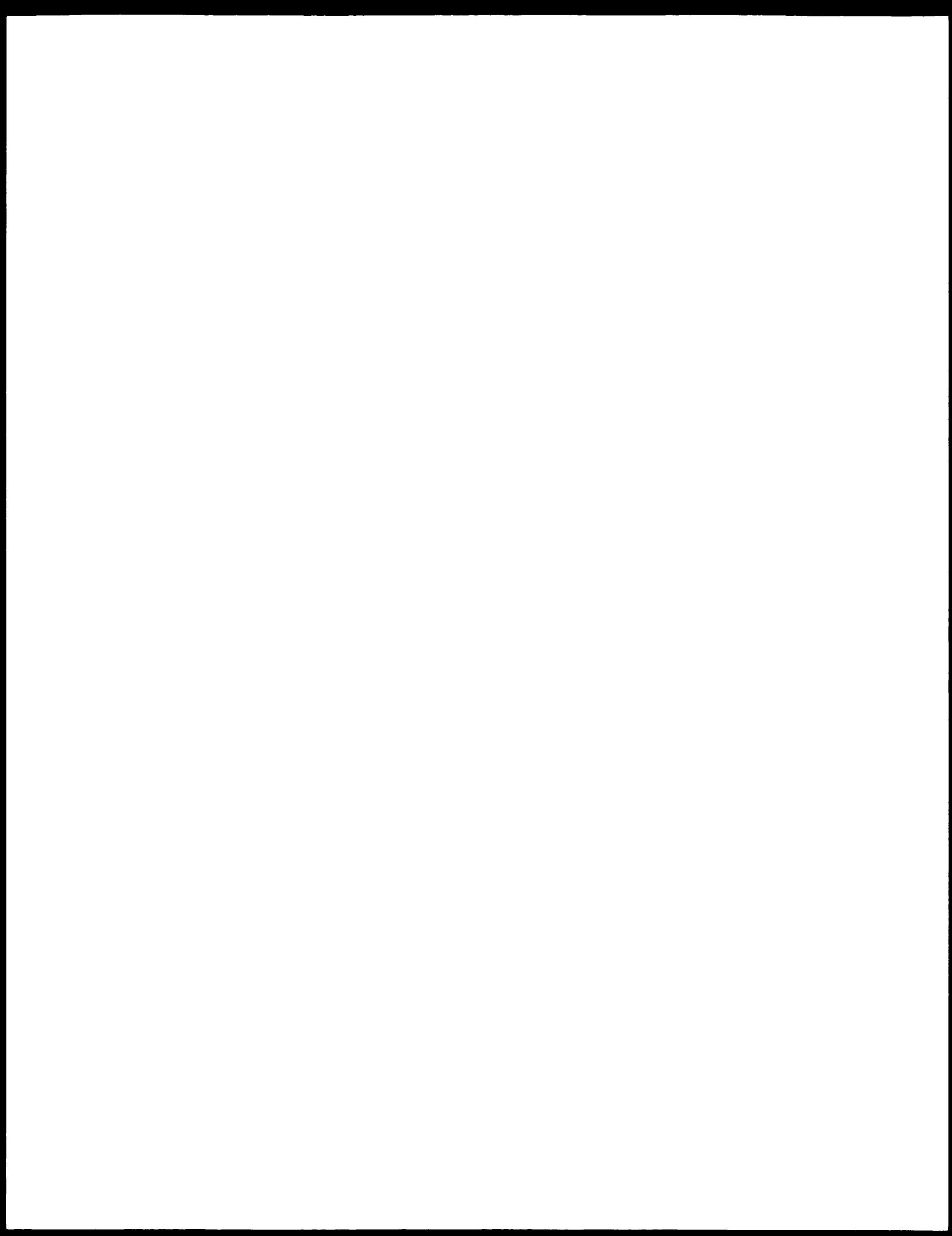
Nom et adresse  PIIROUX, Guy Conseils en Propriété Industrielle Cabinet Bruder 3, avenue Bugeaud F-75116 Paris FRANCE	Nationalité (nom de l'Etat)	Domicile (nom de l'Etat)
	no de telephone 0145 53 05 50	
	no de telecopieur 0145 53 80 21	
	no de teleimprimeur	

3. Observations complémentaires, le cas échéant:

4. Une copie de cette notification a été envoyée:

<input checked="" type="checkbox"/> à l'office récepteur	<input type="checkbox"/> aux offices désignés concernés
<input type="checkbox"/> à l'administration chargée de la recherche internationale	<input checked="" type="checkbox"/> aux offices élus concernés
<input checked="" type="checkbox"/> à l'administration chargée de l'examen préliminaire international	<input type="checkbox"/> autre destinataire:

Bureau international de l'OMPI 34, chemin des Colombettes 1211 Genève 20, Suisse  no de télécopieur (41-22) 740.14.35	Fonctionnaire autorisé:  Sean Taylor  no de téléphone (41-22) 338.83.38
---	---



Translation

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

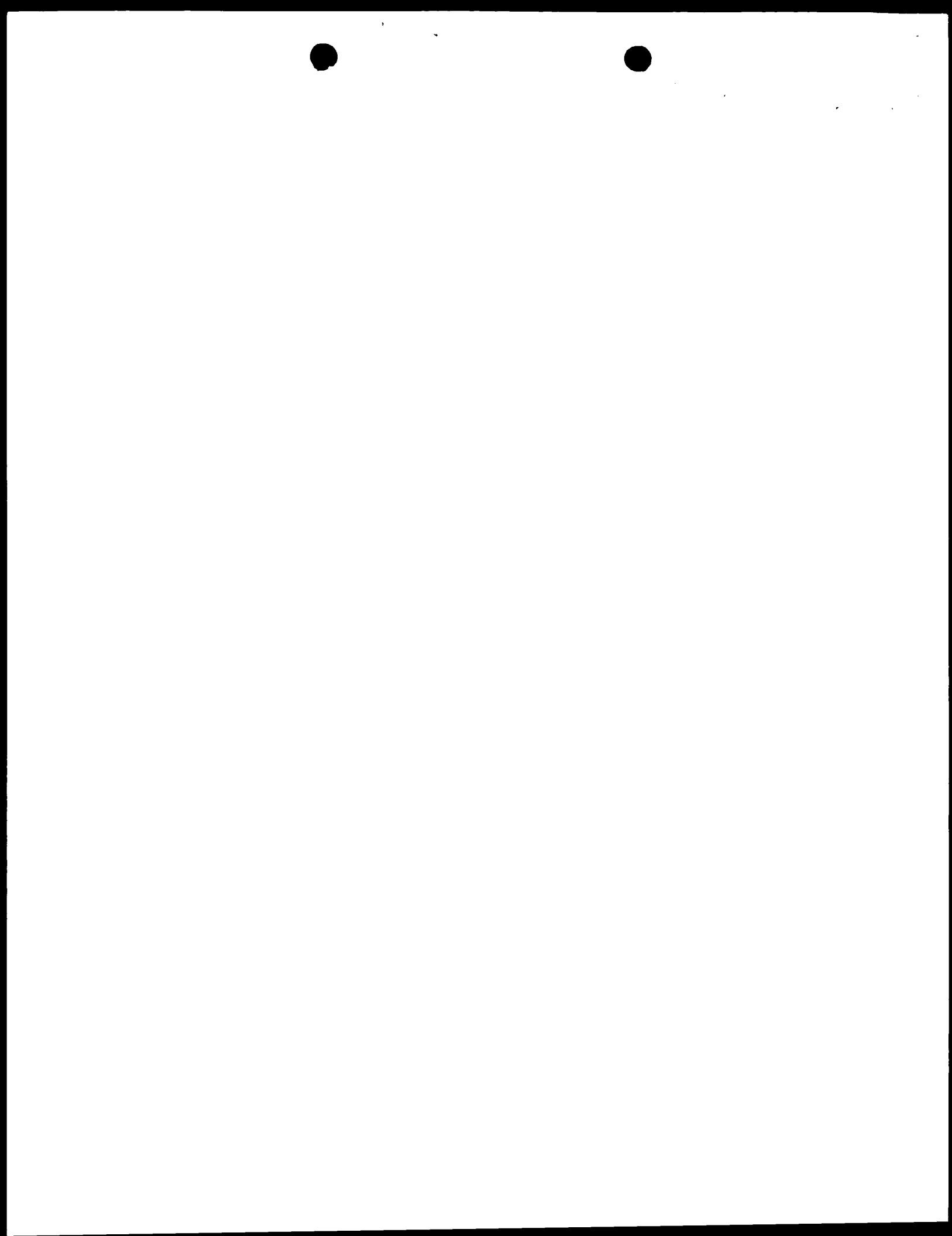
(PCT Article 36 and Rule 70)

3

Applicant's or agent's file reference SPX-PCT-7	FOR FURTHER ACTION See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/FR00/02668	International filing date (day/month/year) 27 September 2000 (27.09.00)	Priority date (day/month/year) 27 September 1999 (27.09.99)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC B01D 11-02		
Applicant SEAREX (SOCIETE ANONYME)	RECEIVED JUL 8 2002 TC 1700	

1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.
2. This REPORT consists of a total of <u>6</u> sheets, including this cover sheet.
<input checked="" type="checkbox"/> This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).
These annexes consist of a total of <u>7</u> sheets.
3. This report contains indications relating to the following items:
I <input type="checkbox"/> Basis of the report
II <input type="checkbox"/> Priority
III <input type="checkbox"/> Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
IV <input type="checkbox"/> Lack of unity of invention
V <input checked="" type="checkbox"/> Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
VI <input type="checkbox"/> Certain documents cited
VII <input type="checkbox"/> Certain defects in the international application
VIII <input checked="" type="checkbox"/> Certain observations on the international application

Date of submission of the demand 17 April 2001 (17.04.01)	Date of completion of this report 02 January 2002 (02.01.2002)
Name and mailing address of the IPEA/EP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.



## INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/FR00/02668

**I. Basis of the report**

1. This report has been drawn on the basis of (*Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to the report since they do not contain amendments.*):

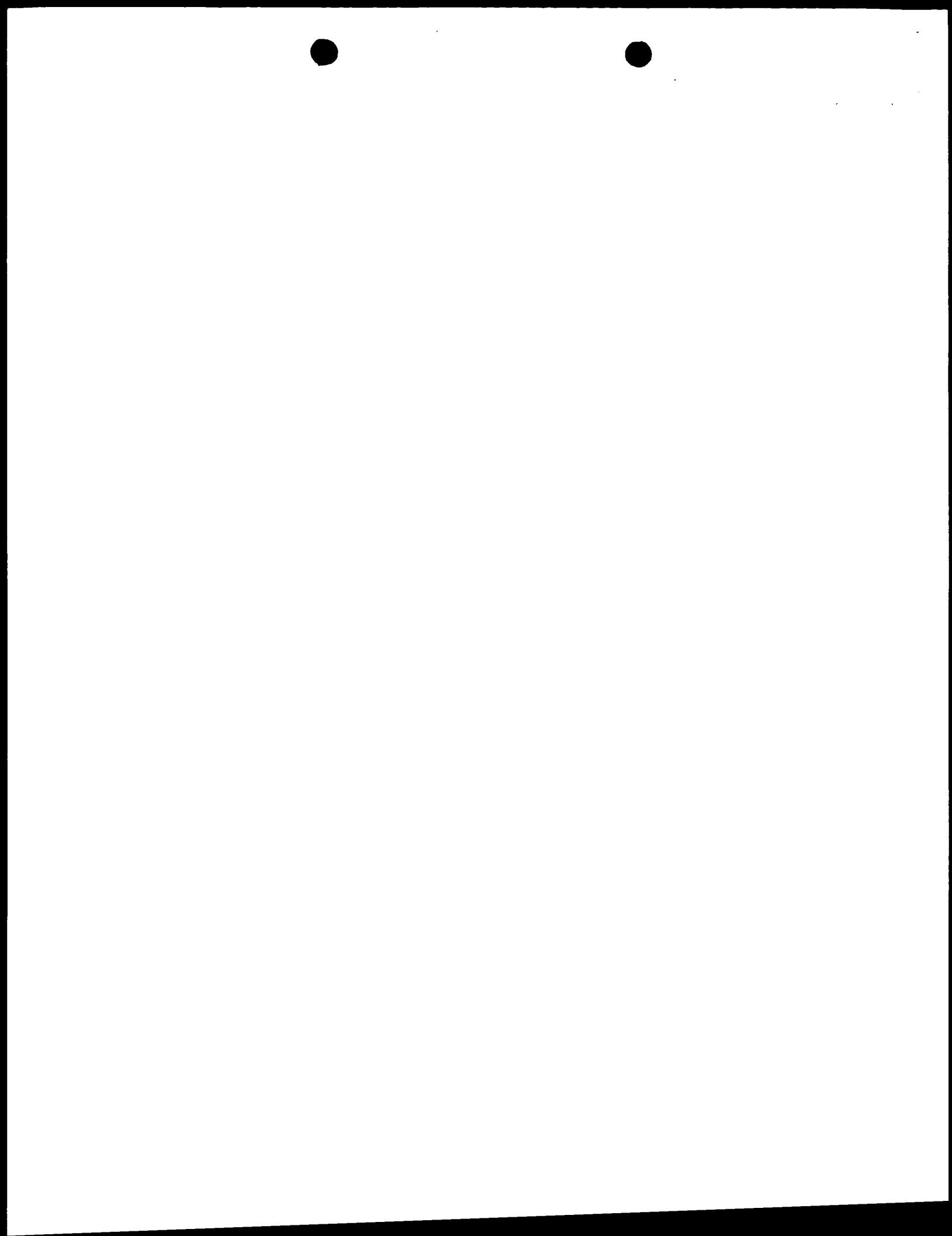
- the international application as originally filed.
- the description, pages 1.2,4-8,10-15, as originally filed,  
pages \_\_\_\_\_, filed with the demand,  
pages 3,3a,9,9a, filed with the letter of 10 December 2001 (10.12.2001),  
pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_
- the claims, Nos. \_\_\_\_\_, as originally filed,  
Nos. \_\_\_\_\_, as amended under Article 19,  
Nos. \_\_\_\_\_, filed with the demand,  
Nos. 1-11, filed with the letter of 10 December 2001 (10.12.2001),  
Nos. \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_
- the drawings, sheets/fig 1/1, as originally filed,  
sheets/fig \_\_\_\_\_, filed with the demand,  
sheets/fig \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_,  
sheets/fig \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_

2. The amendments have resulted in the cancellation of:

- the description, pages \_\_\_\_\_
- the claims, Nos. \_\_\_\_\_
- the drawings, sheets/fig \_\_\_\_\_

3.  This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).

4. Additional observations, if necessary:



**INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT**International application No.  
PCT/FR 00/02668**I. Basis of the report**

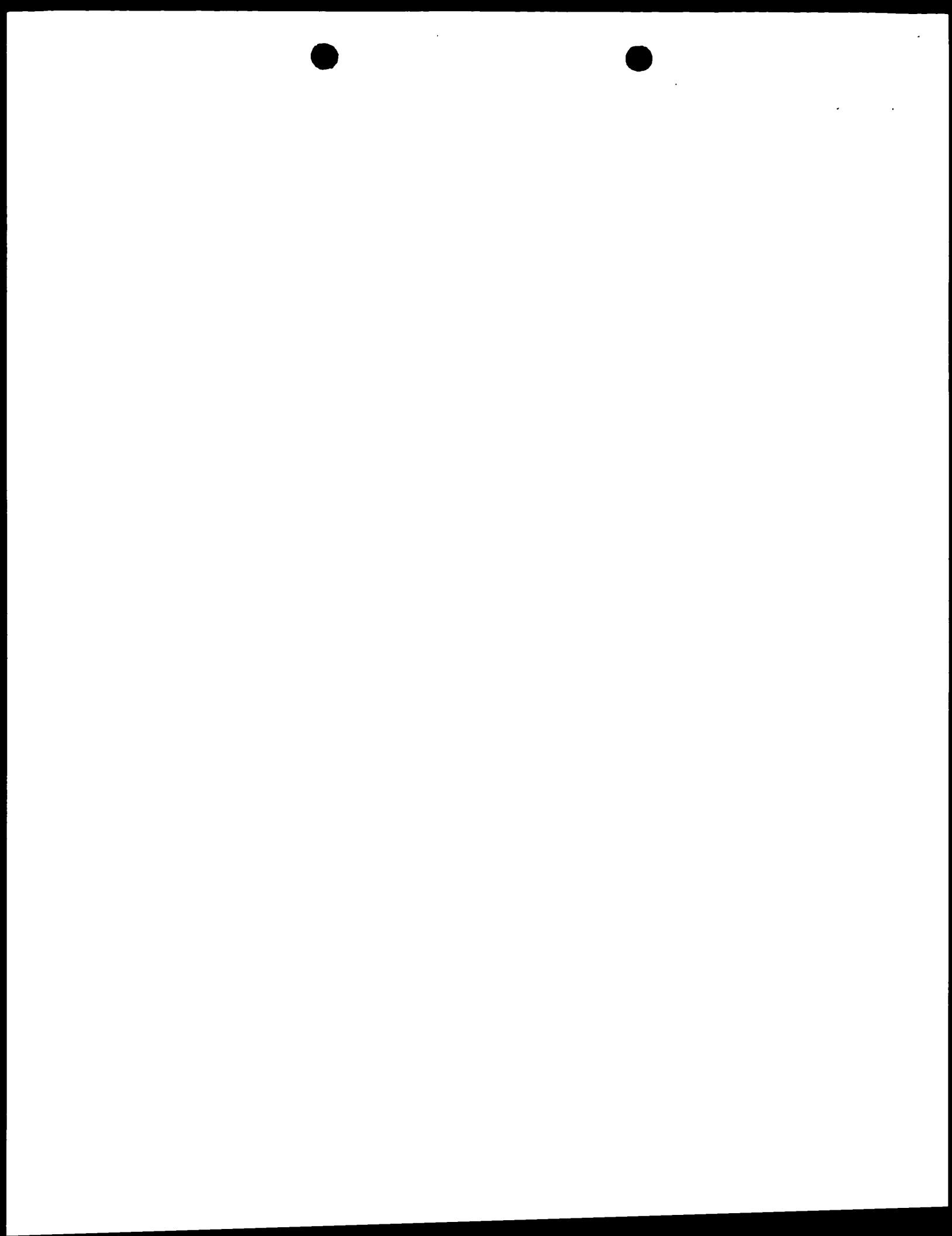
1. This report has been drawn on the basis of (*Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to the report since they do not contain amendments*):

New pages 3, 3a, 9 and 9a of the description were added with the letter of 07.12.2001.

The amendments added on new page 3, lines 15-22, by the paragraph "Where the extracts...before its recycling" and the amendments added on new page 9, lines 9-15, by the paragraph "The fluid leaving the receptacle...liquid phase therein" provide additional data which have no basis in the original application. These amendments therefore extend the subject matter of the application beyond the content of the application as filed, contrary to PCT Article 34(2)(b).

Therefore, this report will be established as if these amendments had not been made (PCT Rule 70.2(c)).

It should be noted that citations of the closest prior art in accordance with PCT Rule 5.1(a)(ii) should be restricted to a brief and purely factual summary.



## INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.  
PCT/FR 93/02668

## V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

## 1. Statement

Novelty (N)	Claims	1-11	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1-11	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-11	YES
	Claims		NO

## 2. Citations and explanations

1. The present invention concerns a method and an installation enabling certain compounds extracted from natural or synthetic products to be adsorbed on a porous support. Extraction is performed by contacting in an extractor said products with a solvent at supercritical pressure. The pressure and the temperature of the mixture obtained are then adjusted by suitable means so as to obtain two phases, i.e. a gaseous phase containing the solvent and a liquid phase formed by the solvent and extracts. The two phases are sent into an impregnation chamber where they percolate through a porous support able to adsorb the extracts.

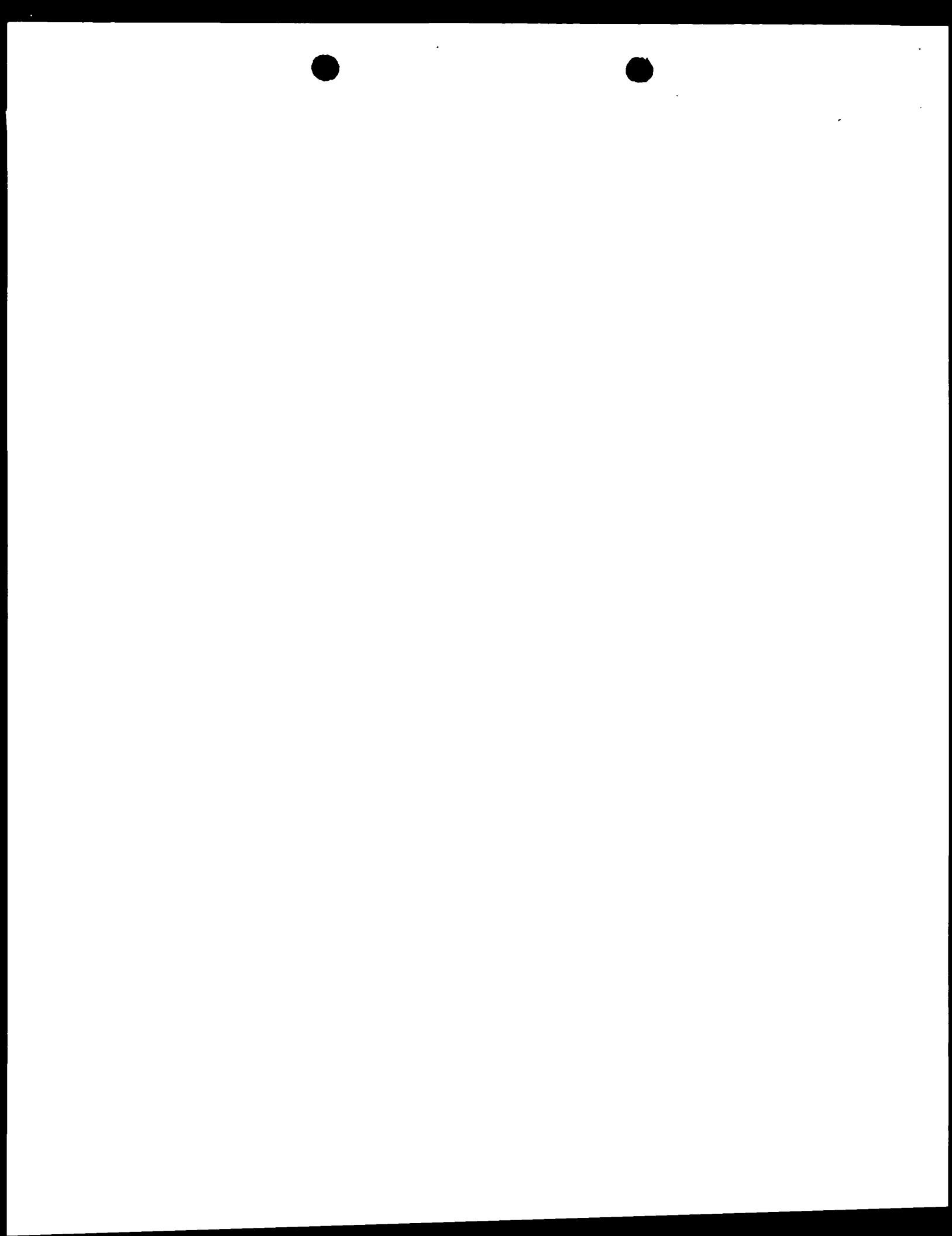
The closest prior art is document JP-A-02139003 (D1), which discloses such a method carried out in a suitable installation (cf. Abstract). The subject matter of independent Claims 1 and 8 differs from the method and the installation described in D1 in that, downstream from the extractor, the water contained in the extracts mixture is removed using suitable means, i.e. a bed of adsorbent material, and in that said impregnation chamber is heated with a heat carrying fluid.



**INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT**International application No.  
PCT/FR 00/02668

By removing the water upstream of the impregnation chamber the porous medium is impregnated in a very homogeneous and reproducible manner by the extracts, producing a powder which is non-sticky and has good flow characteristics (see page 7, line 16-page 8, line 13). The vaporization of the solvent and the ratio between the liquid and gaseous phases are adjusted by heating the impregnation chamber (see page 10, lines 23-page 11, line 4).

2. Neither D1 nor the remaining available prior art provides an indication concerning the use of the invention's above-mentioned distinctive features in order to obtain the effects described.  
The subject matter of Claims 1 and 8 therefore complies with the requirements set out in PCT Article 33(2) and (3).
3. Dependent Claims 2-7 and 9-11 concern specific embodiments of the subject matter of Claims 1 and 8 and they therefore comply with the requirements set out in PCT Article 33(2) and (3).
4. The subject matter of all the claims is considered industrially applicable (PCT Article 33(4)).



**VIII. Certain observations on the international application**

The following observations on the clarity of the claims, description, and drawings or on the question whether the claims are fully supported by the description, are made:

1. According to the definition of the method of the invention as per Claim 1, downstream from the removal of water, the pressure and the temperature of the extracts mixture are first adjusted so as to obtain two phases, in particular a gaseous phase and a liquid phase, and then the phases obtained are percolated through a porous support in the chamber, by vaporizing the solvent. Therefore, the adjustment and the vaporization of the solvent constitute two separate successive steps, the first being performed upstream from the chamber by means of the heater changer (7) and the pressure-reducing valve (8) and the second being performed in the chamber by supplying heat.  
However, according to independent device Claim 8, the means for supplying heat to the chamber are responsible for forming the two above-mentioned phases. Indeed, neither the heater changer (7) nor the pressure-reducing valve (8) are mentioned in Claim 8. This inconsistency between independent Claims 1 and 8 causes lack of clarity, contrary to PCT Article 6.  
It should be noted that, in a clear set of claims, for each feature mentioned in an independent method claim there should be a corresponding equivalent structural feature in the independent device claim (PCT Article 6).
2. It is clear from the description (see page 5, lines 7-10 and page 8, lines 5-6) and from Claim 1 that water is removed in the method of the invention by

Globe

**INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT**International application No.  
PCT/FR 00/02668**VIII. Certain observations on the international application**

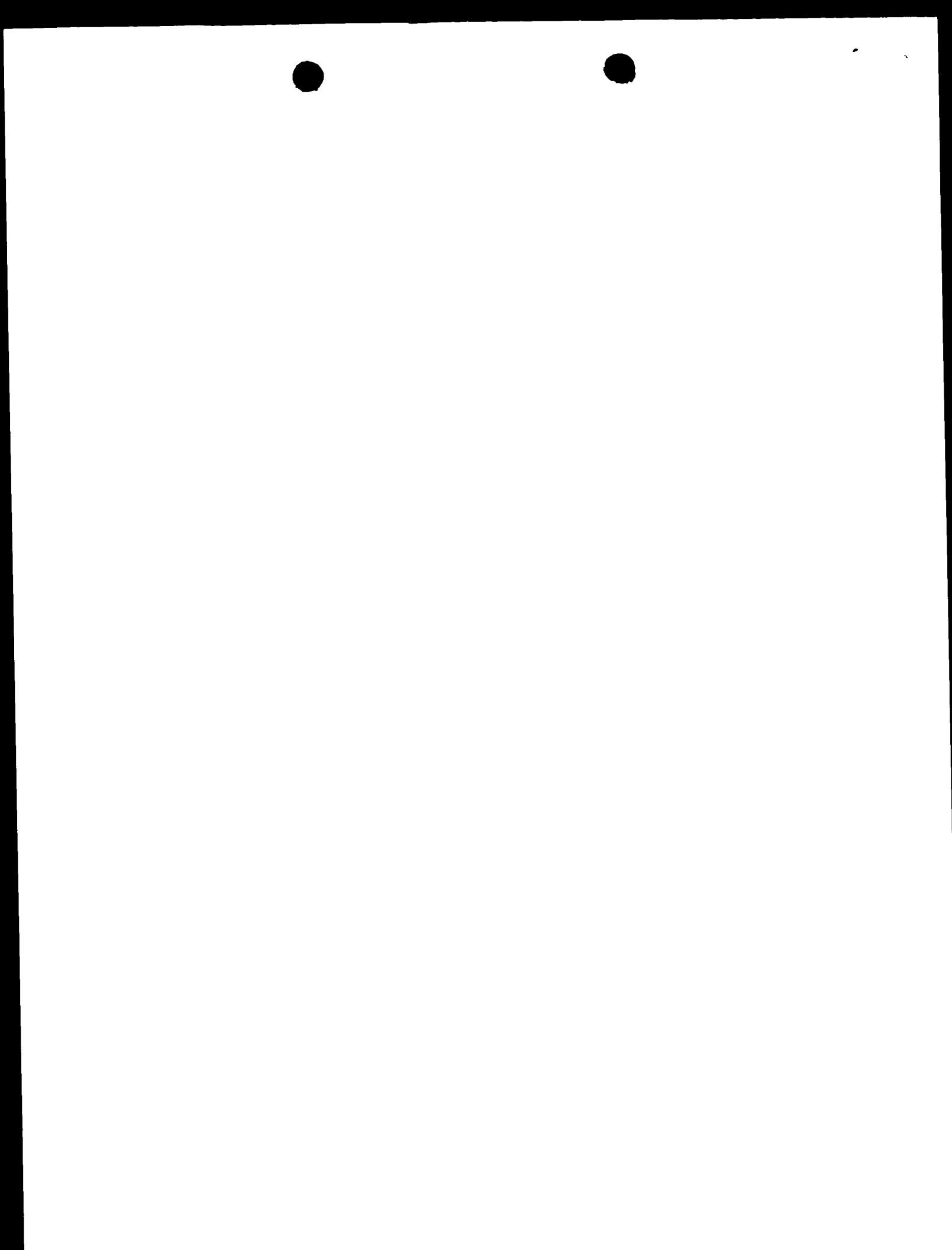
means of a bed of selective adsorbent. No other means for removing water is described in the application. This feature is therefore **essential** for embodying the invention. However, it is not included in independent device Claim 8, which only mentions "means for removing water" (PCT Article 6).

11

that end. However, certain compounds are more favourably extracted with a light hydrocarbon having from 2 to 5 carbon atoms, and more favourably, from 2 to 4 carbon atoms, at supercritical pressure.

One of the principal advantages of the methods using fluids at supercritical pressure as solvents resides in the facility of effecting the separation between the solvent and the extracts and solutes, as has been described in numerous publications and, for certain important aspects of implementation, in French Patent FR-A-2 584 618. The interesting properties of these fluids have, moreover, been used for a long time in solid-fluid extraction and liquid-fluid fractionation, as 10 has been described in the article mentioned above.

Finally, it is known that the extraction of natural products by a fluid at supercritical pressure leads to extracts of very high quality which are increasingly used in numerous applications. However, such extracts, like, moreover, the extracts obtained with other means such as for example extraction by organic 15 solvent, are often in the form of very viscous or even pasty products which are not easy to handle, with the result that their incorporation in solid supports, the dosage and the mixture with a matrix and possibly other active principles, within a solid excipient, are very difficult. One is sometimes obliged to place them in solution in an organic solvent in order to effect impregnation of a solid excipient, 20 which is regrettable since there thus disappears a determining advantage in numerous applications for



as those prevailing in the extractor 1, trickles through the porous medium where it abandons the water that it contains.

The recipient 5 is connected to a pressure reducing valve 8 via a heater-exchanger 7. The outlet of the valve 8 is connected to the bottom of an  
5 impregnation enclosure 9 which contains the porous medium 10 in which it is desired to adsorb the extracts. The enclosure 9 comprises heating means constituted for example by a double envelope 11 in which a heat exchange fluid circulates, which makes it possible to have good vaporization of the solvent fluid. Under these conditions, a gaseous phase is therefore had in the impregnation  
10 enclosure 9, constituted by solvent fluid and a liquid phase constituted by the extracts and the solvent fluid.

The porous medium 10 is chosen as a function of the subsequent use which it is desired to make of the final product, whether it be a granular or pulverulent medium particularly adapted for use in dietetics, pharmacy or cosmetics, or a  
15 solid medium. In the most frequent case where this medium is in granular or pulverulent form, a particularly advantageous embodiment consists in stirring this porous medium within the impregnation enclosure 9 by any adequate means, for example by means of a turbine 14 moved by an electric motor 16 via a magnetic drive system 18.

20 The upper part of the enclosure 9 is joined to the pump 3 through a condenser 12.

Of course, it is possible, according to the invention, to use any other separation system, and the extractor 1 might be replaced by a fractionating column making possible



CLAIMS

1. Method for setting in adsorbed state, on a porous support, compounds contained in a product, in which, during a first step, the extraction of the compounds is effected by contacting the product with at least one solvent fluid at supercritical pressure leading to the obtaining of a mixture of extracts and of solvent fluid, characterized in that, in a second step:

5        - the water contained in the mixture of extracts and of solvent fluid is eliminated,

10      - the temperature and pressure conditions are adjusted so as to obtain, in an enclosure (9), two phases, namely a first phase essentially constituted by the solvent fluid in the gaseous state and a second phase constituted by a mixture of liquids formed by solvent fluid and extracts of the product,

15      - these two phases are made to trickle through a porous support adapted to adsorb the extracts,

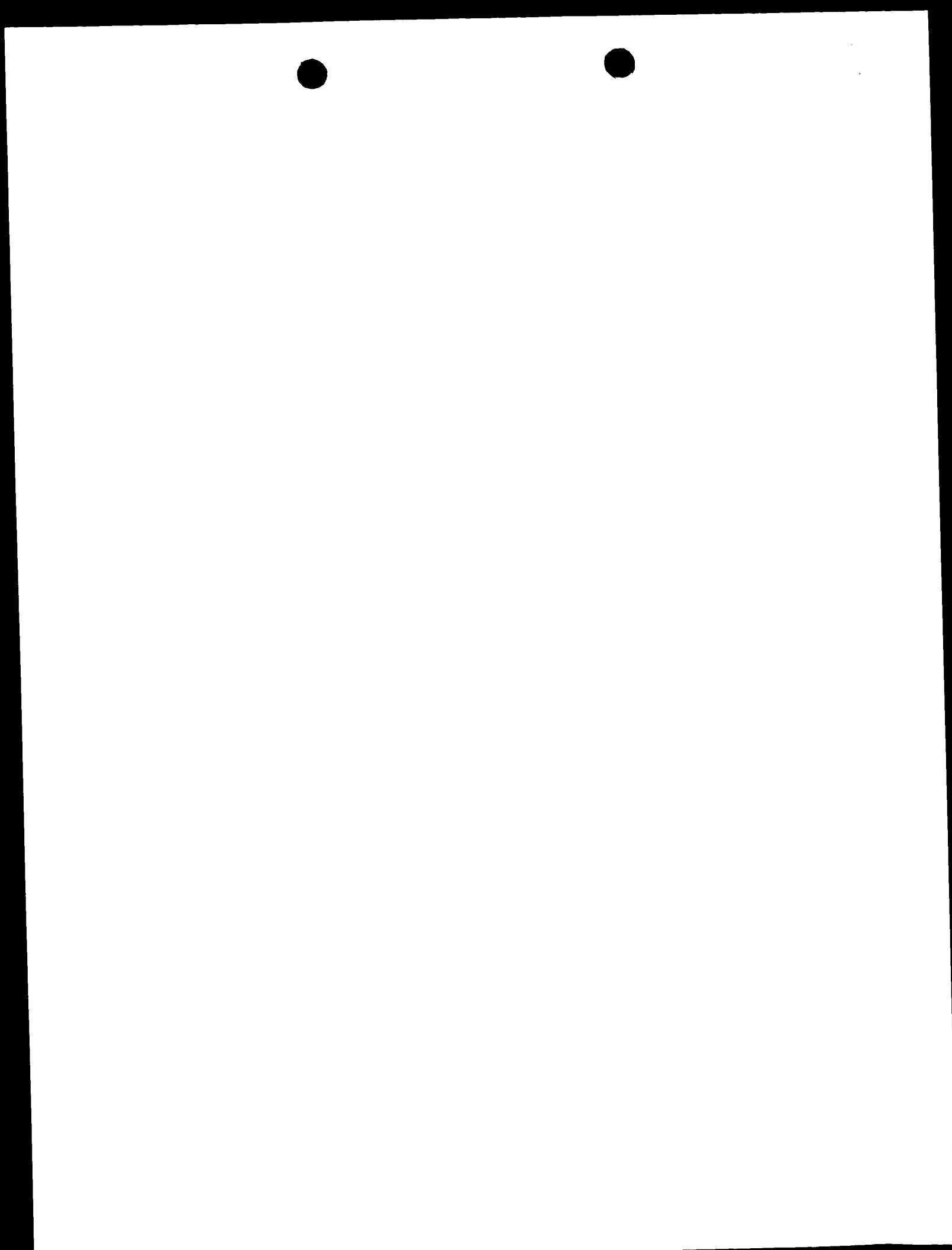
2.        - the solvent fluid contained in the second phase is vaporized.

Method according to Claim 1, characterized in that the elimination of the water is ensured by causing the mixture of extracts and solvent fluid to trickle over a bed of adsorbent product adapted to selectively fix the water.

3.        Method according to one of Claims 1 or 2, characterized in that the solvent fluid is constituted by carbon dioxide, by nitrogen protoxide or by a light hydrocarbon having from 2 to 8 carbon atoms.



4. Method according to one of the preceding Claims, characterized in that the solvent fluid is a pure fluid.
5. Method according to one of Claims 1 to 3, characterized in that the solvent fluid has at least one co-solvent added thereto.
- 5 6. Method according to Claim 5, characterized in that the co-solvent is constituted by an alcohol and preferably ethanol, and/or by a ketone and preferably acetone, and/or by an ester and preferably ethyl acetate.
7. Method according to one of the preceding Claims, characterized in that the first step of extraction is effected at a pressure included between 7.4 MPa and 80 MPa, and preferably between 10 MPa and 40 MPa, and at a temperature included between 0°C and 80°C.
- 10 15. Method according to one of the preceding Claims, characterized in that the trickling of the two phases through the porous support is effected at a pressure included between 1 MPa and 10 MPa, and preferably between 4 MPa and 8 Mpa, and at a temperature included between 0°C and 80°C.
9. Installation for extraction/impregnation of the type comprising an extractor (1) containing a product from which it is desired to extract the compounds, which is traversed to that end by at least one solvent fluid at supercritical pressure, characterized in that it successively comprises, downstream of the extractor (1),  
20 means (5) for eliminating the water contained in the extracted compounds, means adapted to create, in an impregnation enclosure



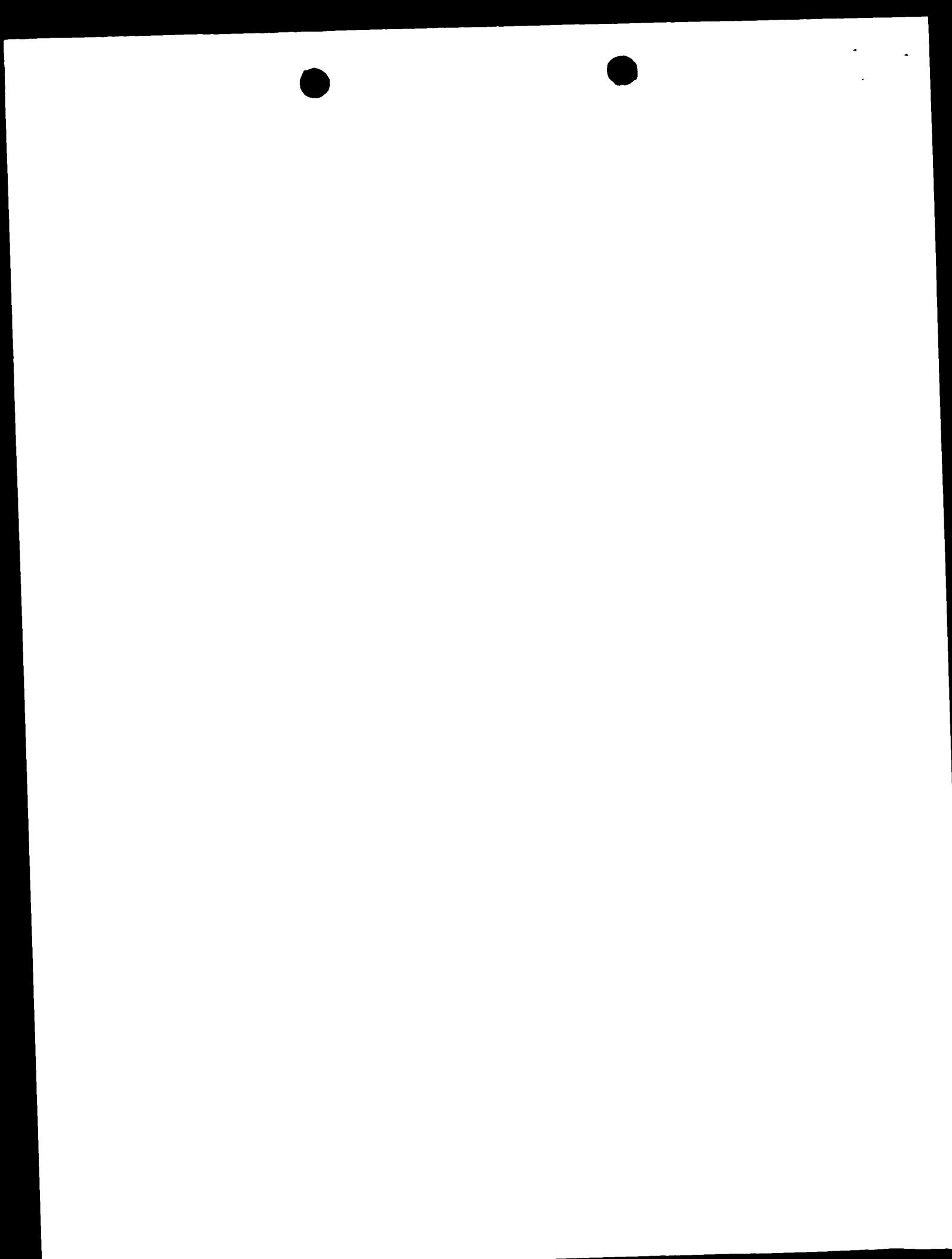
(9) containing a porous medium, two phases, namely a first phase essentially constituted by the solvent fluid in the gaseous state and a second phase constituted by a mixture of liquids formed by solvent fluid and the extracts of the product, so as to effect the adsorption by the porous medium of the extracted  
5 compounds.

10. Installation according to Claim 9, characterized in that the impregnation enclosure (9) comprises means (11) for contributing enthalpy.

11. Installation according to Claim 10, characterized in that the means for contributing enthalpy are constituted by a double envelope (11) with circulation  
10 of heat-exchange fluid.

12. Installation according to one of Claims 9 to 11, characterized in that the extractor (1) is constituted by a fractionating column operating in counter-flow, adapted for the treatment of liquid raw materials.

13. Installation according to one of Claims 9 to 12, characterized in that it  
15 comprises means for injecting an organic co-solvent within the solvent fluid.



# TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

PCT

REC'D 04 JAN 2002

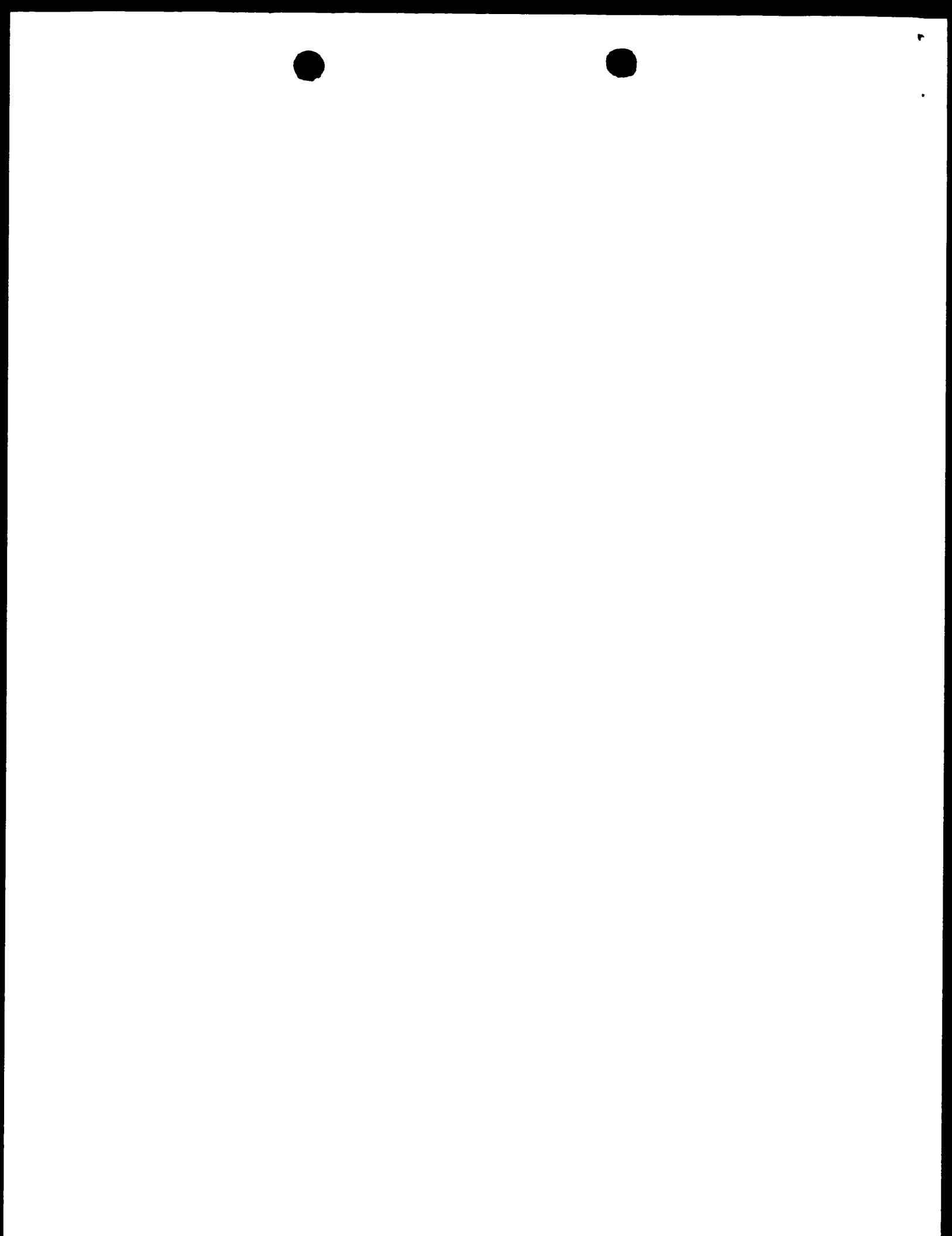
## RAPPORT D'EXAMEN PRELIMINAIRE INTERNATIONAL PCT

(article 36 et règle 70 du PCT)

Référence du dossier du déposant ou du mandataire SPX-PCT-7	<b>POUR SUITE A DONNER</b> voir la notification de transmission du rapport d'examen préliminaire international (formulaire PCT/IPEA/416)	
Demande internationale n° PCT/FR00/02668	Date du dépôt international (jour/mois/année) 27/09/2000	Date de priorité (jour/mois/année) 27/09/1999
Classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois classification nationale et CIB B01D11/02		
Déposant SEPARTEX (SOCIETE ANONYME)		
<p>1. Le présent rapport d'examen préliminaire international, établi par l'administration chargée de l'examen préliminaire international, est transmis au déposant conformément à l'article 36.</p> <p>2. Ce RAPPORT comprend 6 feuilles, y compris la présente feuille de couverture.</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Il est accompagné d'ANNEXES, c'est-à-dire de feuilles de la description, des revendications ou des dessins qui ont été modifiées et qui servent de base au présent rapport ou de feuilles contenant des rectifications faites auprès de l'administration chargée de l'examen préliminaire international (voir la règle 70.16 et l'instruction 607 des Instructions administratives du PCT).</p> <p>Ces annexes comprennent 7 feuilles.</p>		
<p>3. Le présent rapport contient des indications relatives aux points suivants:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>I    <input checked="" type="checkbox"/> Base du rapport</li> <li>II    <input type="checkbox"/> Priorité</li> <li>III    <input type="checkbox"/> Absence de formulation d'opinion quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle</li> <li>IV    <input type="checkbox"/> Absence d'unité de l'invention</li> <li>V    <input checked="" type="checkbox"/> Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration</li> <li>VI    <input type="checkbox"/> Certains documents cités</li> <li>VII    <input type="checkbox"/> Irrégularités dans la demande internationale</li> <li>VIII    <input checked="" type="checkbox"/> Observations relatives à la demande internationale</li> </ul>		

Date de présentation de la demande d'examen préliminaire internationale 17/04/2001	Date d'achèvement du présent rapport 02.01.2002
Nom et adresse postale de l'administration chargée de l'examen préliminaire international:   Office européen des brevets D-80298 Munich Tél. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Fonctionnaire autorisé  Maremonti, M  N de téléphone +49 89 2399 8440





**RAPPORT D'EXAMEN  
PRÉLIMINAIRE INTERNATIONAL**

Demande internationale n° PCT/FR00/02668

**I. Base du rapport**

1. En ce qui concerne les **éléments** de la demande internationale (*les feuilles de remplacement qui ont été remises à l'office récepteur en réponse à une invitation faite conformément à l'article 14 sont considérées dans le présent rapport comme "initiallement déposées" et ne sont pas jointes en annexe au rapport puisqu'elles ne contiennent pas de modifications (règles 70.16 et 70.17)*):

**Description, pages:**

1,2,4-8,10-15      version initiale

3,3a,9,9a      reçue(s) le      10/12/2001      avec la lettre du      07/12/2001

**Revendications, N°:**

1-11      reçue(s) le      10/12/2001      avec la lettre du      07/12/2001

**Dessins, feuilles:**

1/1      version initiale

2. En ce qui concerne la **langue**, tous les éléments indiqués ci-dessus étaient à la disposition de l'administration ou lui ont été remis dans la langue dans laquelle la demande internationale a été déposée, sauf indication contraire donnée sous ce point.

Ces éléments étaient à la disposition de l'administration ou lui ont été remis dans la langue suivante: , qui est :

- la langue d'une traduction remise aux fins de la recherche internationale (selon la règle 23.1(b)).
- la langue de publication de la demande internationale (selon la règle 48.3(b)).
- la langue de la traduction remise aux fins de l'examen préliminaire internationale (selon la règle 55.2 ou 55.3).

3. En ce qui concerne les **séquences de nucléotides ou d'acide aminés** divulguées dans la demande internationale (le cas échéant), l'examen préliminaire internationale a été effectué sur la base du listage des séquences :

- contenu dans la demande internationale, sous forme écrite.
- déposé avec la demande internationale, sous forme déchiffrable par ordinateur.
- remis ultérieurement à l'administration, sous forme écrite.
- remis ultérieurement à l'administration, sous forme déchiffrable par ordinateur.
- La déclaration, selon laquelle le listage des séquences par écrit et fourni ultérieurement ne va pas au-delà de la divulgation faite dans la demande telle que déposée, a été fournie.
- La déclaration, selon laquelle les informations enregistrées sous déchiffrable par ordinateur sont identiques à celles du listages des séquences Présenté par écrit, a été fournie.



# RAPPORT D'EXAMEN PRÉLIMINAIRE INTERNATIONAL

Demande internationale n° PCT/FR00/02668

#### 4. Les modifications ont entraîné l'annulation :

- de la description, pages :
  - des revendications, n°s :
  - des dessins, feuilles :

5.  Le présent rapport a été formulé abstraction faite (de certaines) des modifications, qui ont été considérées comme allant au-delà de l'exposé de l'invention tel qu'il a été déposé, comme il est indiqué ci-après (règle 70.2(c)) :

*(Toute feuille de remplacement comportant des modifications de cette nature doit être indiquée au point 1 et annexée au présent rapport)*

## 6. Observations complémentaires, le cas échéant :

**V. Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration**

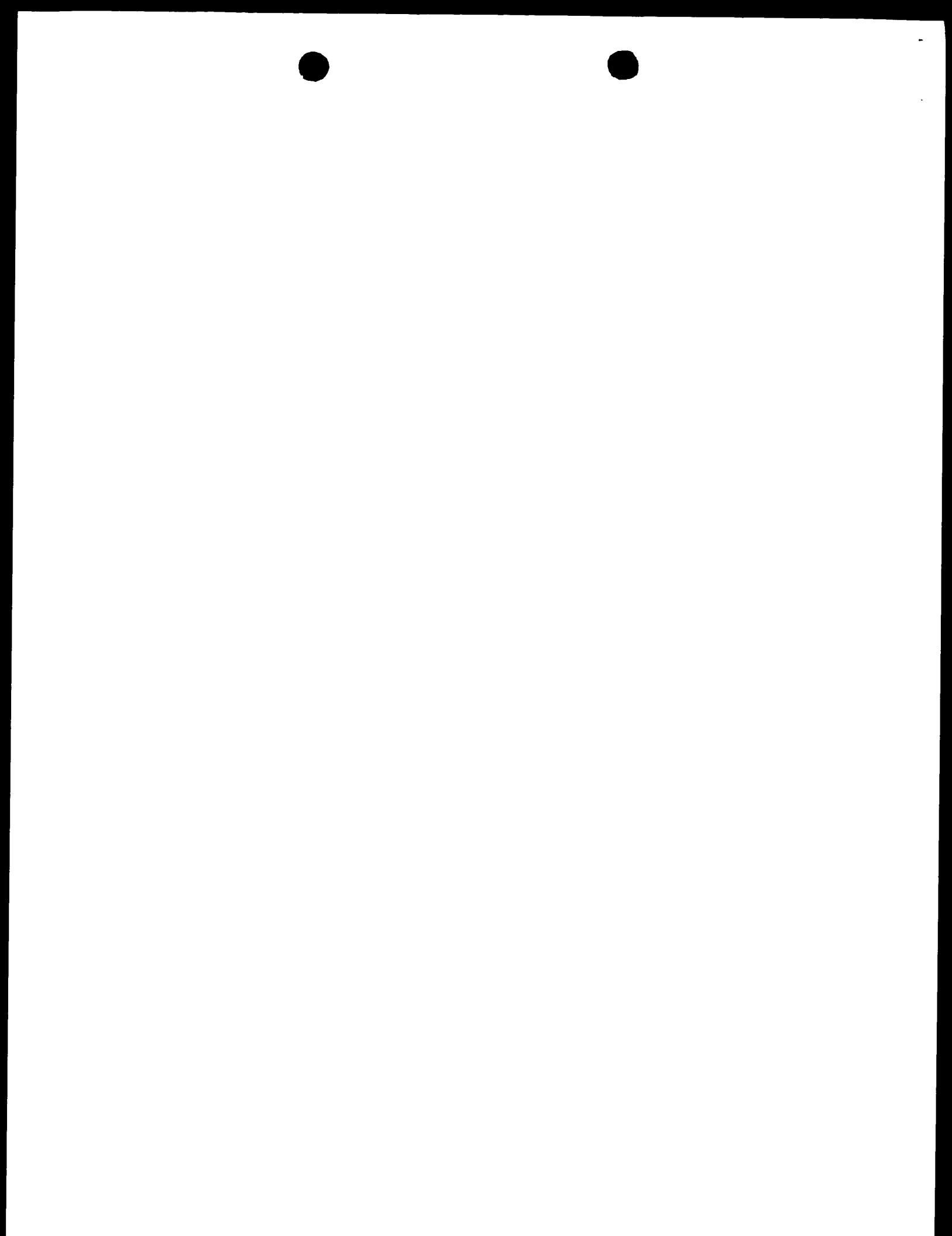
## 1. Déclaration

Nouveauté	Oui : Revendications	1-11
	Non : Revendications	
Activité inventive	Oui : Revendications	1-11
	Non : Revendications	
Possibilité d'application industrielle	Oui : Revendications	1-11
	Non : Revendications	

## 2. Citations et explications **voir feuille séparée**

## **VIII. Observations relatives à la demande internationale**

Les observations suivantes sont faites au sujet de la clarté des revendications, de la description et des dessins et de la question de savoir si les revendications se fondent entièrement sur la description :  
**voir feuille séparée**



**RAPPORT D'EXAMEN**

Demande internationale n° PCT/FR00/02668

**PRELIMINAIRE INTERNATIONAL - FEUILLE SEPARÉE****Concernant le point I****Base du rapport**

1. Les nouvelles pages 3, 3a, 9 et 9a de la description ont été introduites avec la lettre du 07.12.2001.

Les modifications introduites dans la nouvelle p. 3, l. 15-22, par le paragraph "Dans le cas ou les extraits...avant son recyclage" et les modifications introduites dans la nouvelle p. 9, l. 9-18, par le paragraph "Le fluid en sortie du récipient...phase liquide dans celle-ci" fournissent des informations supplémentaires qui n'ont aucune base dans la demande originale. Ces modifications étendent donc l'objet de la demande au-delà du contenu de la demande telle qu'elle a été déposée contrairement à l'Article 34(2)(b) PCT. En conséquence, ce rapport sera établi comme si ces modifications n'avaient pas été faites (Règle 70.2(c) PCT).

Il est à noter que la citation de l'état de la technique le plus proche conformément à la Règle 5.1 (a)(ii) PCT doit être limitée à un bref résumé avec une pure présentation des faits.

**Concernant le point V****Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration**

1. La présente invention concerne un procédé et une installation permettant d'adsorber sur un support poreux certains composés extraits de produits naturels ou synthétiques. L'extraction est réalisée en mettant en contact dans un extracteur lesdites produits avec un solvant à pression supercritique. Ensuite, la pression et la température du mélange obtenu sont réglées, avec des moyens appropriés, de façon à obtenir deux phases, notamment une phase gazeuse contenant le solvant et une phase liquide formée du solvant et des extraits. Les deux phases sont envoyées dans une enceinte d'imprégnation où elles percolent à travers un support poreux apte à adsorber les extraits.

L'état de la technique le plus proche est représenté par le document JP-A-02139003 (D1), qui divulgue un tel procédé réalisé dans une installation appropriée



**RAPPORT D'EXAMEN**

Demande internationale n° PCT/FR00/02668

**PRELIMINAIRE INTERNATIONAL - FEUILLE SEPARÉE**

(cf. le résumé). L'objet des revendications indépendantes 1 et 8 se différencie du procédé et de l'installation décrits dans D1 en ce que, en aval de l'extracteur, l'eau contenue dans le mélange d'extraits est éliminée en utilisant des moyens appropriés, à savoir un lit de matériel adsorbant, et en ce que, ladite enceinte d'imprégnation est chauffée avec un fluide caloporteur.

En éliminant l'eau en amont de l'enceinte d'imprégnation, le milieu poreux est imprégné par les extraits de manière très homogène et reproductible, donnant naissance à une poudre non collante et présentant une bonne fluidité (voir p. 7, l. 16-p. 8, l. 13). En chauffant l'enceinte d'imprégnation, on règle la vaporisation du solvant et le rapport entre les deux phases gazeuse et liquide (voir p. 10, l. 23-p. 11, l. 4).

2. Ni D1 ni le reste de l'état de la technique à disposition ne fournit une indication quant à l'utilisation des caractéristiques distinctives de l'invention, mentionnées ci-dessus, afin d'obtenir les effets décrits.  
L'objet des revendications 1 et 8 remplit donc les conditions énoncées par les Articles 33(2) et (3) PCT.
3. Les revendications dépendantes 2-7 et 9-11 concernent des formes de réalisation particulières des objets des revendications 1 et 8 et donc elles remplissent les conditions énoncées par les Articles 33(2) et (3) PCT.
4. L'objet de toutes les revendications est considéré susceptible d'application industrielle (Article 33(4) PCT).

**Concernant le point VIII****Observations relatives à la demande internationale**

1. Selon la définition du procédé de l'invention, comme donnée dans la revendication 1, en aval de l'élimination de l'eau, d'abord on règle la pression et la température du mélange d'extraits, de façon à obtenir deux phases, notamment une phase gazeuse et une phase liquide, et ensuite on fait percoler les phases obtenues à travers le support poreux contenu dans l'enceinte, en vaporisant le solvant. Donc, le réglage et la vaporisation du solvant constituent deux étapes



distinctes et successives, la première étant réalisée en amont de l'enceinte au moyen du changeur réchauffeur (7) et de la vanne de détente (8) et la deuxième étant réalisée dans l'enceinte au moyen d'un apport de chaleur.

Toutefois, selon la revendication indépendante 8 d'installation, ce sont les moyens d'apport de chaleur à l'enceinte qui sont responsables de la formation des deux phases mentionnées ci-dessus. En fait, ni le changeur réchauffeur (7) ni la vanne de détente (8) ne sont mentionnés dans la revendication 8. Cette contradiction entre les revendications indépendantes 1 et 8 introduit un manque de clarté contraire à l'Article 6 PCT.

Il est à noter que, dans un jeu de revendications clair, à chaque caractéristique mentionnée dans une revendication indépendante de procédé doit correspondre une caractéristique structurelle analogue dans la revendication indépendante d'installation (Article 6 PCT).

2. Il est clair d'après la description (voir p. 5, l. 7-10 et p. 8, l. 5-6) et d'après la revendication 1 que l'eau est éliminée dans le procédé de l'invention au moyen d'un lit d'adsorbant sélectif. Aucun autre moyen d'élimination de l'eau n'est décrit dans la demande. Cette caractéristique est donc **essentielle** pour réaliser l'invention. Cependant, elle n'est pas inclue dans la revendication indépendante 8 d'installation, qui mentionne seulement "des moyens d'élimination de l'eau" (Article 6 PCT).



**RAPPORT D'EXAMEN**

Demande internationale n° PCT/FR00/02668

**PRELIMINAIRE INTERNATIONAL - FEUILLE SEPARÉE**

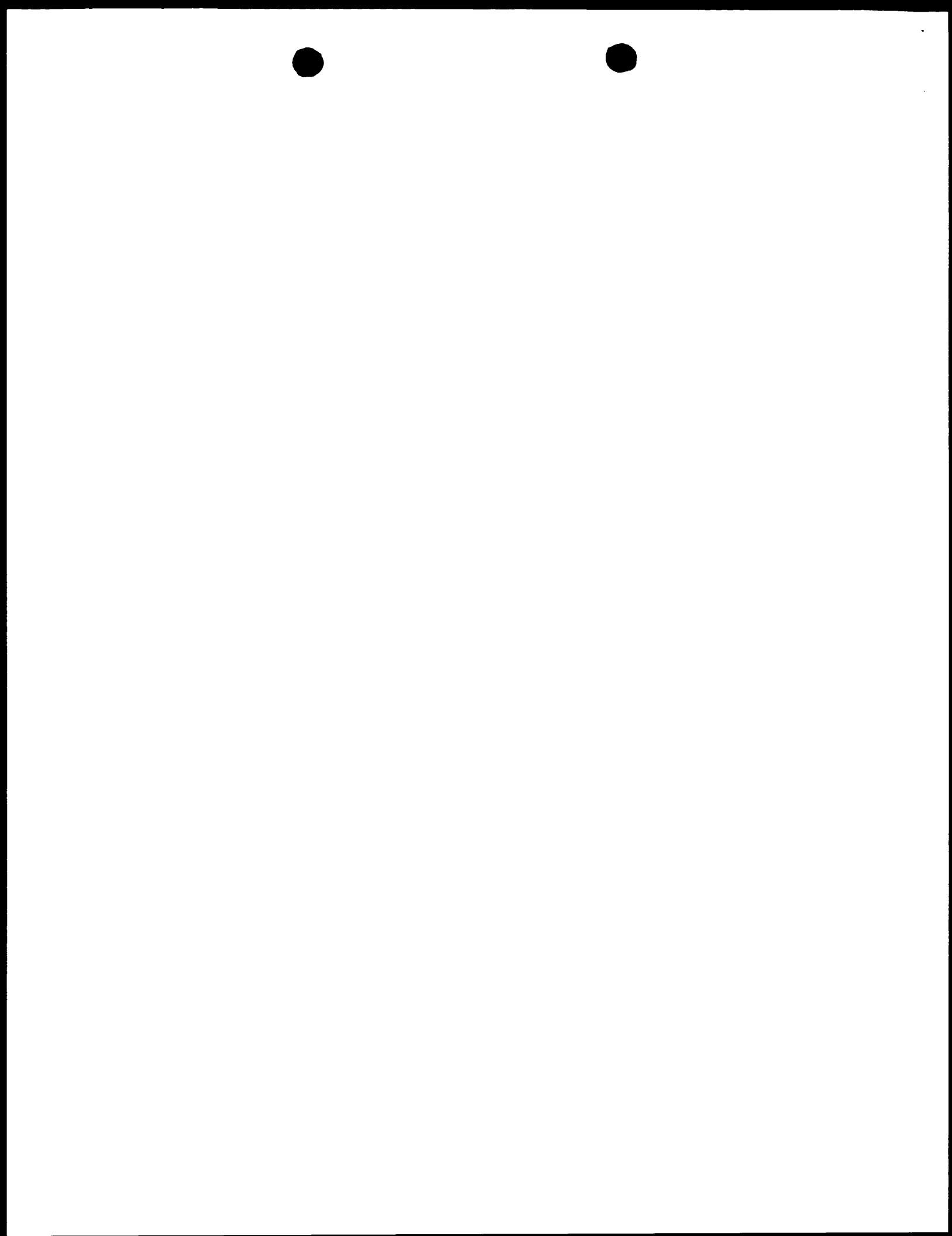
(cf. le résumé). L'objet des revendications indépendantes 1 et 8 se différencie du procédé et de l'installation décrits dans D1 en ce que, en aval de l'extracteur, l'eau contenue dans le mélange d'extraits est éliminée en utilisant des moyens appropriés, à savoir un lit de matériel adsorbant, et en ce que, ladite enceinte d'imprégnation est chauffée avec un fluide caloporeur.

En éliminant l'eau en amont de l'enceinte d'imprégnation, le milieu poreux est imprégné par les extraits de manière très homogène et reproductible, donnant naissance à une poudre non collante et présentant une bonne fluidité (voir p. 7, l. 16-p. 8, l. 13). En chauffant l'enceinte d'imprégnation, on règle la vaporisation du solvant et le rapport entre les deux phases gazeuse et liquide (voir p. 10, l. 23-p. 11, l. 4).

2. Ni D1 ni le reste de l'état de la technique à disposition ne fournit une indication quant à l'utilisation des caractéristiques distinctives de l'invention, mentionnées ci-dessus, afin d'obtenir les effets décrits.  
L'objet des revendications 1 et 8 remplit donc les conditions énoncées par les Articles 33(2) et (3) PCT.
3. Les revendications dépendantes 2-7 et 9-11 concernent des formes de réalisation particulières des objets des revendications 1 et 8 et donc elles remplissent les conditions énoncées par les Articles 33(2) et (3) PCT.
4. L'objet de toutes les revendications est considéré susceptible d'application industrielle (Article 33(4) PCT).

**Concernant le point VIII****Observations relatives à la demande internationale**

1. Selon la définition du procédé de l'invention, comme donnée dans la revendication 1, en aval de l'élimination de l'eau, d'abord on règle la pression et la température du mélange d'extraits, de façon à obtenir deux phases, notamment une phase gazeuse et une phase liquide, et ensuite on fait percoler les phases obtenues à travers le support poreux contenu dans l'enceinte, en vaporisant le solvant. Donc, le réglage et la vaporisation du solvant constituent deux étapes



## RAPPORT D'EXAMEN

Demande internationale n° PCT/FR00/02668

## PRELIMINAIRE INTERNATIONAL - FEUILLE SEPARÉE

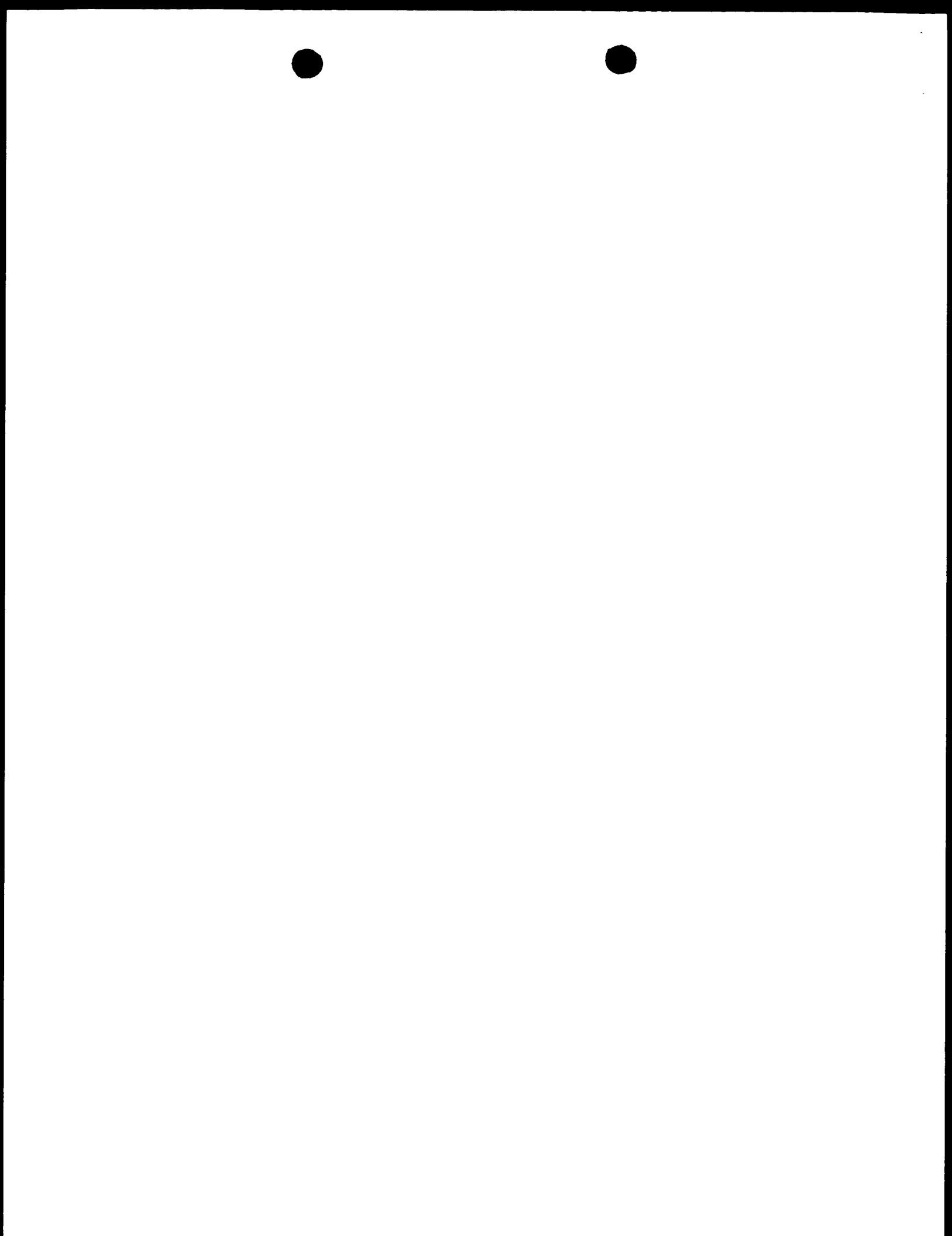
---

distinctes et successives, la première étant réalisée en amont de l'enceinte au moyen du changeur réchauffeur (7) et de la vanne de détente (8) et la deuxième étant réalisée dans l'enceinte au moyen d'un apport de chaleur.

Toutefois, selon la revendication indépendante 8 d'installation, ce sont les moyens d'apport de chaleur à l'enceinte qui sont responsables de la formation des deux phases mentionnées ci-dessus. En fait, ni le changeur réchauffeur (7) ni la vanne de détente (8) ne sont mentionnés dans la revendication 8. Cette contradiction entre les revendications indépendantes 1 et 8 introduit un manque de clarté contraire à l'Article 6 PCT.

Il est à noter que, dans un jeu de revendications clair, à chaque caractéristique mentionnée dans une revendication indépendante de procédé doit correspondre une caractéristique structurelle analogue dans la revendication indépendante d'installation (Article 6 PCT).

2. Il est clair d'après la description (voir p. 5, l. 7-10 et p. 8, l. 5-6) et d'après la revendication 1 que l'eau est éliminée dans le procédé de l'invention au moyen d'un lit d'adsorbant sélectif. Aucun autre moyen d'élimination de l'eau n'est décrit dans la demande. Cette caractéristique est donc **essentielle** pour réaliser l'invention. Cependant, elle n'est pas inclue dans la revendication indépendante 8 d'installation, qui mentionne seulement "des moyens d'élimination de l'eau" (Article 6 PCT).

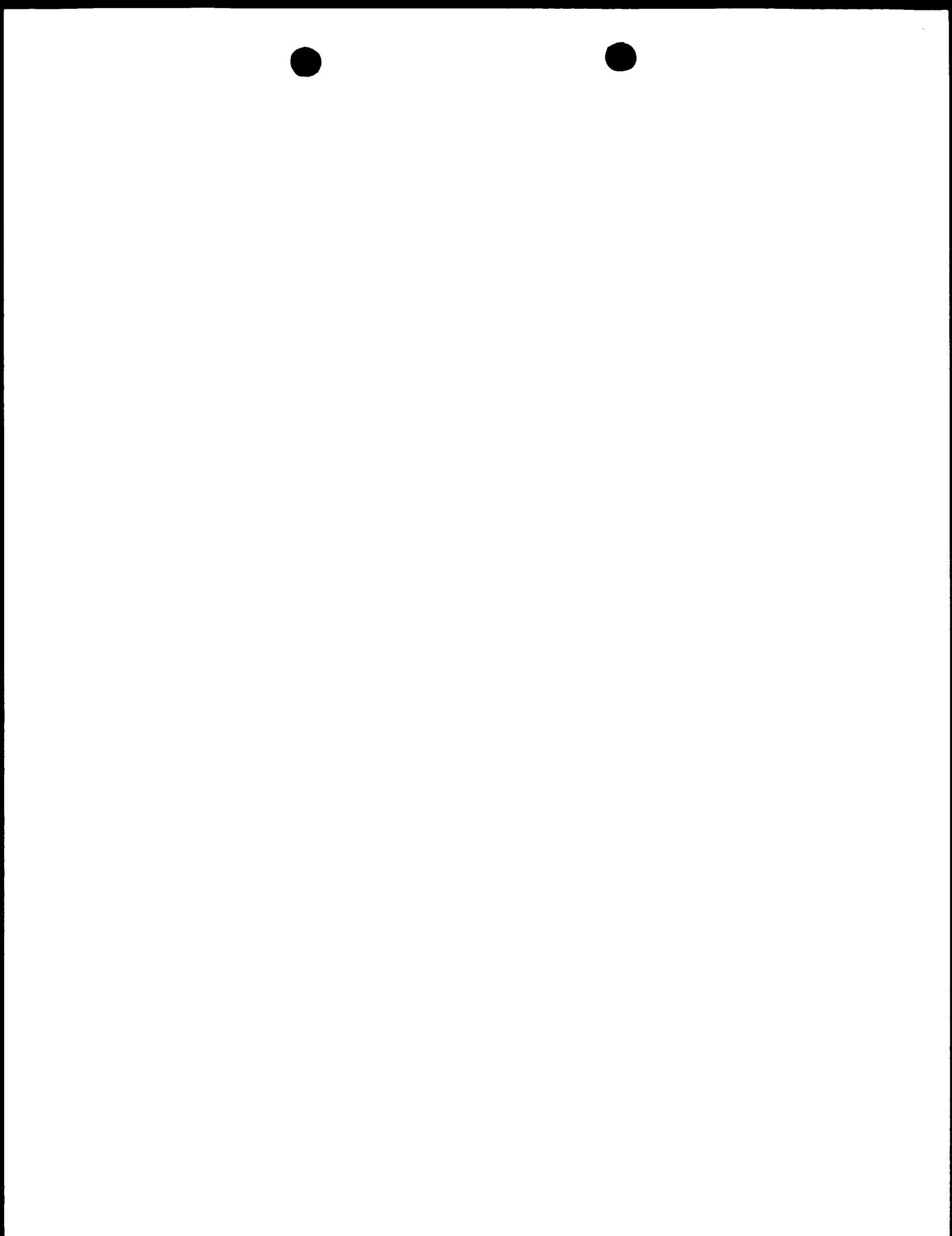


cette fin. Toutefois, certains composés sont plus favorablement extraits par un hydrocarbure léger ayant de 2 à 8 atomes de carbone, et plus favorablement, de 2 à 4 atomes de carbone, à pression supercritique.

5 L'un des avantages principaux des procédés utilisant des fluides à pression supercritique en tant que solvants réside dans la facilité de réaliser la séparation entre le solvant et les extraits et solutés, ainsi qu'il a été décrit dans de nombreuses publications et, pour certains 10 aspects importants de mise en oeuvre, dans le brevet français FR-A-2 584 618. Les propriétés intéressantes de ces fluides sont d'ailleurs utilisées depuis longtemps en extraction solide-fluide et fractionnement liquide-fluide, ainsi qu'il est décrit dans l'article cité précédemment.

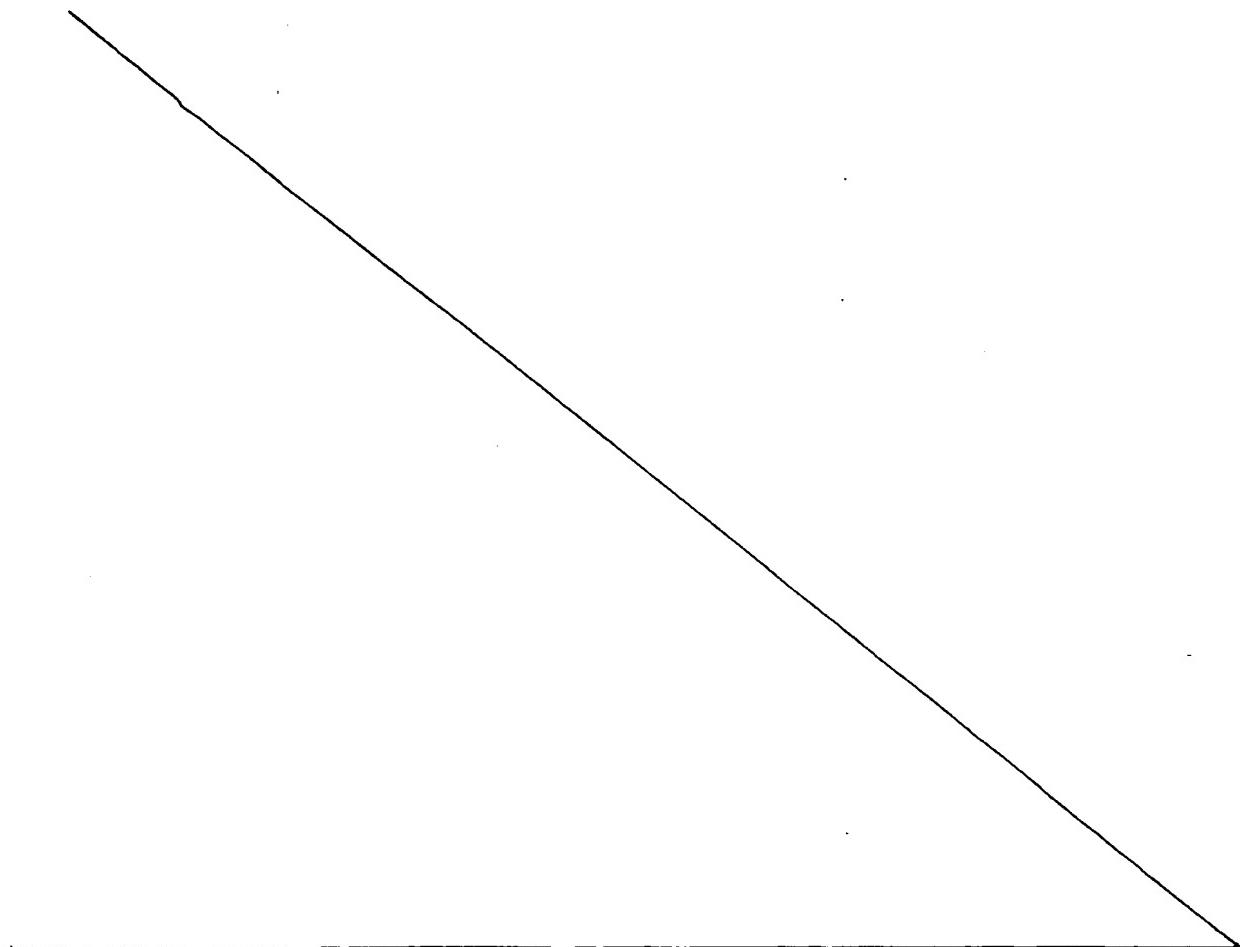
15 Dans le cas où les extraits ou solutés comportent des produits très volatils, tels que des produits odorants, la seule séparation par décompression partielle entraînant la démixion des solutés et leur collecte par séparation de phase avec le fluide, n'est pas très efficace et le fluide, 20 même partiellement décomprimé, contient encore des quantités substantielles de telles substances. Afin de séparer ces substances du fluide avant son recyclage, il est connu d'utiliser un lit d'adsorbant qui va fixer ces substances et purifier le fluide, ainsi que décrit par 25 exemple dans le brevet japonais JP-A-02139003.

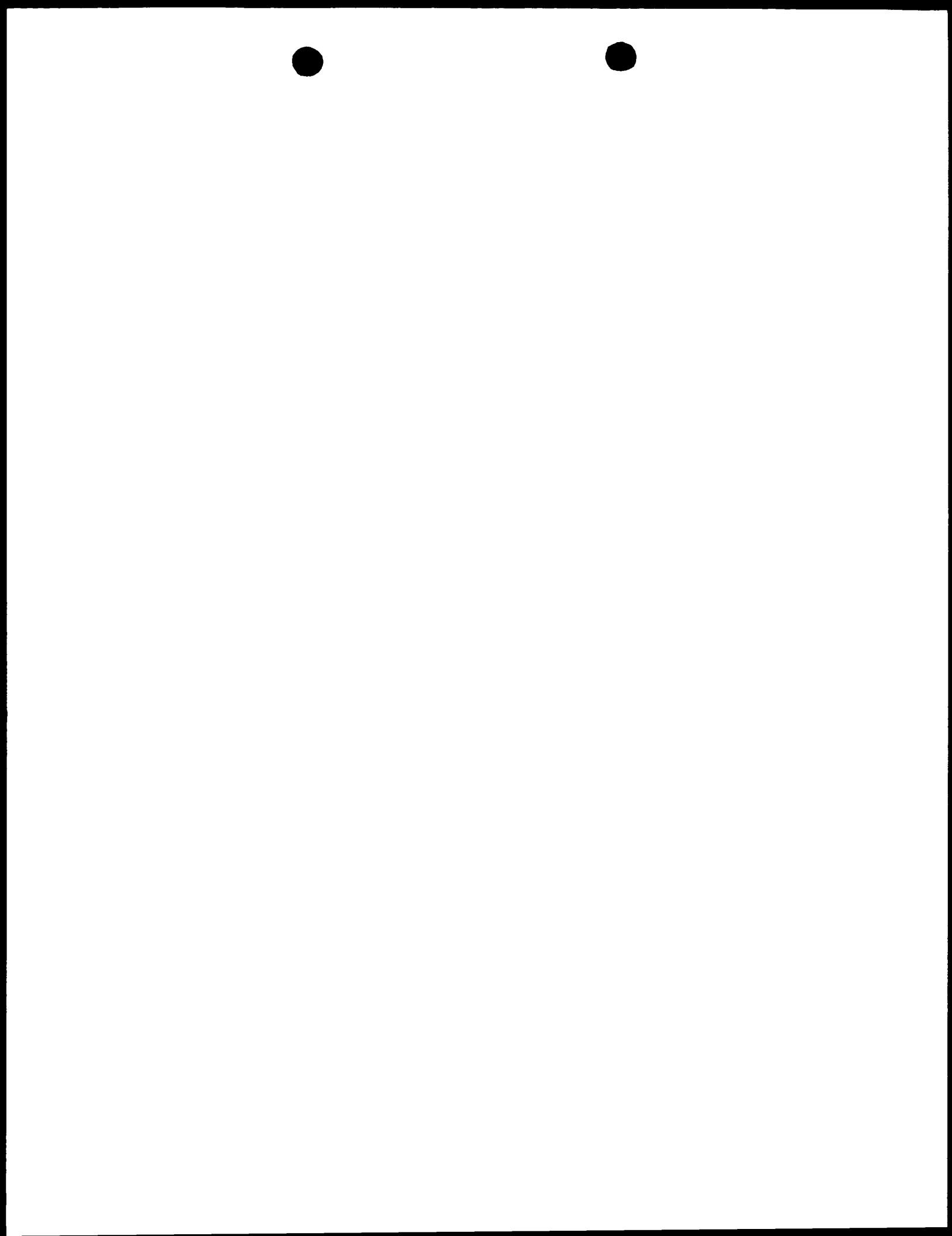
On sait enfin que l'extraction de produits naturels par un fluide à pression supercritique conduit à des extraits de très grande qualité qui sont de plus en plus utilisés dans de nombreuses applications. Toutefois, ces 30 extraits, comme d'ailleurs les extraits obtenus avec



3a

d'autres moyens comme par exemple l'extraction par solvant organique, se présentent souvent comme des produits très visqueux ou même pâteux, dont la manipulation n'est pas aisée ; si bien que leur incorporation dans des supports solides, le dosage et le mélange avec une matrice et, éventuellement d'autres principes actifs, au sein d'un excipient solide sont très difficiles. On est parfois contraint de les mettre en solution dans un solvant organique pour réaliser l'imprégnation d'un excipient solide, ce qui est regrettable puisque disparaît ainsi un avantage déterminant dans de nombreuses applications pour

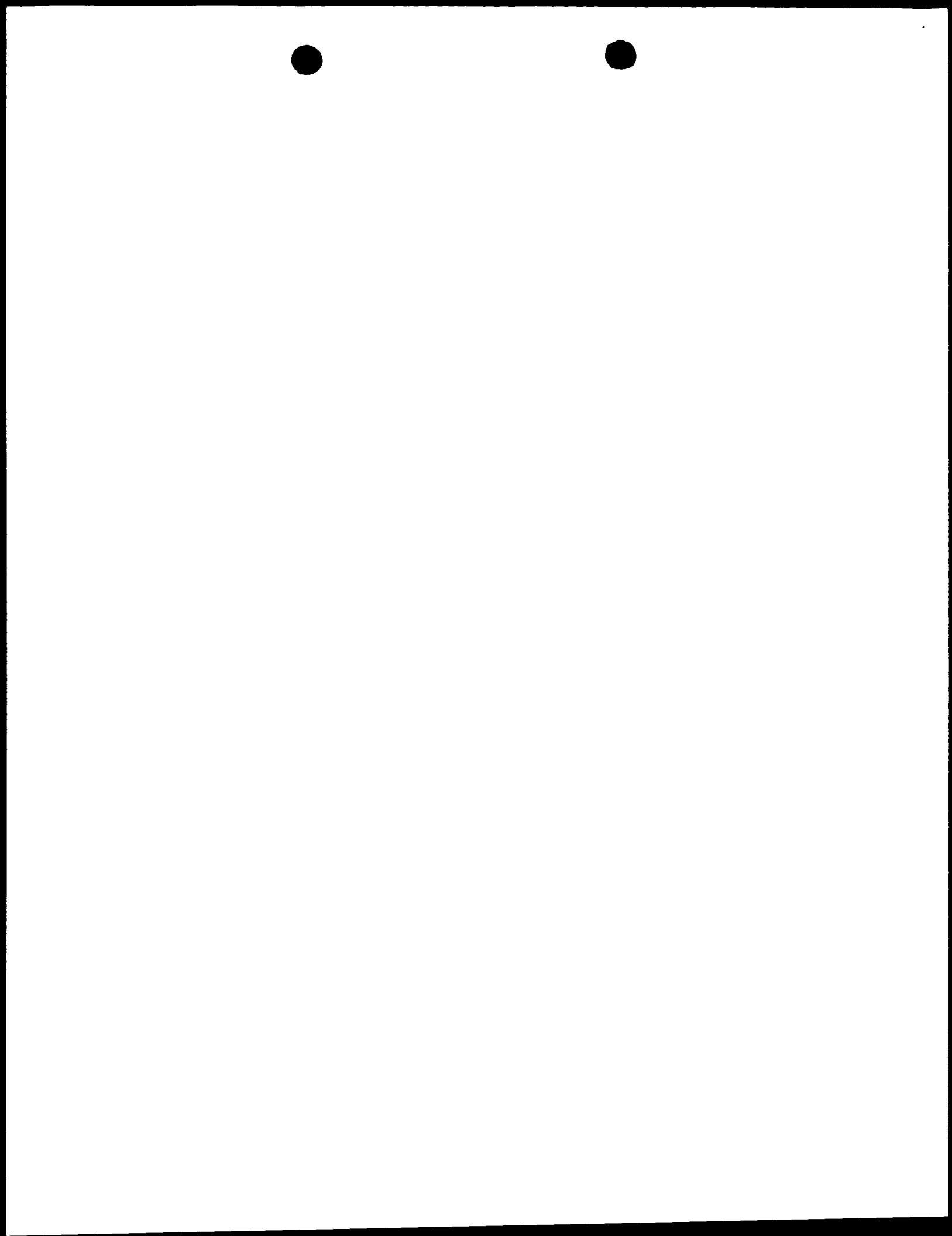




que celles régnant dans l'extracteur 1, percole à travers le milieu poreux où il abandonne l'eau qu'il contient.

Le récipient 5 est réuni à une vanne de détente 8 par l'intermédiaire d'un échangeur réchauffeur 7. La sortie de la vanne 8 est reliée au fond d'une enceinte d'imprégnation 9 qui contient le milieu poreux 10 dans lequel on souhaite adsorber les extraits. L'enceinte 9 comporte des moyens de chauffage constitués par exemple d'une double enveloppe 11 dans laquelle circule un fluide caloporeur. Le fluide en sortie du récipient 5 est ainsi amené à un état de pression et de température souhaitées déterminées lors de son passage dans l'échangeur 7 et la vanne de détente 8, de façon qu'il comporte une phase gazeuse et une phase liquide. Les moyens de chauffage constitués par la double enveloppe 11 permettent de vaporiser de la phase liquide arrivant dans l'enceinte d'imprégnation 9, de façon à maintenir constant le niveau de phase liquide dans celle-ci. Dans ces conditions, on a donc en permanence, dans l'enceinte d'imprégnation 9, une phase gazeuse constituée par du fluide solvant et une phase liquide constituée des extraits et du fluide solvant.

Le milieu poreux 10 est choisi en fonction de l'utilisation ultérieure que l'on souhaite faire du produit final, que ce soit un milieu granulaire ou pulvérulent particulièrement adapté pour une utilisation en diététique, en pharmacie ou en cosmétique, ou un milieu massif. Dans le cas le plus fréquent où ce milieu se présente sous forme granulaire ou pulvérulente, une mise en oeuvre particulièrement avantageuse consiste à agiter ce milieu poreux au sein de l'enceinte d'imprégnation 9 par tout

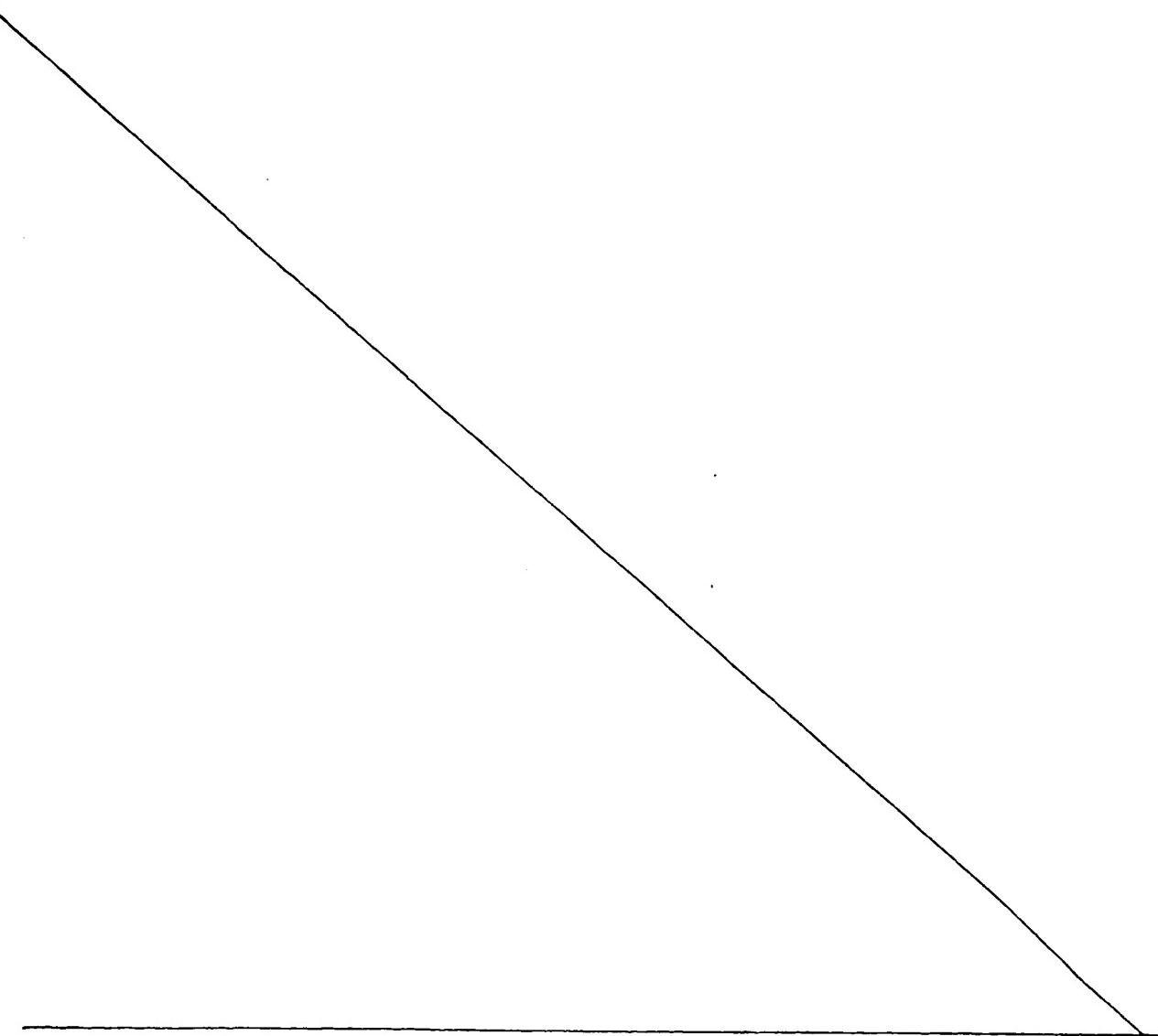


9a

moyen adéquat, par exemple au moyen d'une turbine 14 mue par un moteur électrique 16 via un système d'entrainement magnétique 18.

La partie supérieure de l'enceinte 9 est réunie à la  
5 pompe 3 au travers d'un condenseur 12.

On peut bien entendu, suivant l'invention, utiliser tout autre système de séparation, et on pourrait remplacer l'extracteur 1 par une colonne de fractionnement permettant





REVENDICATIONS

1.- Procédé de mise à l'état adsorbé, sur un support  
5 poreux, de composés contenus dans un produit, dans lequel,  
au cours d'une première étape, on réalise l'extraction des  
composés en mettant en contact avec le produit au moins un  
fluide solvant à pression supercritique conduisant à  
l'obtention d'un mélange d'extraits et de fluide solvant,  
10 et au cours d'une seconde étape :

- on élimine l'eau contenue dans le mélange  
d'extraits et de fluide solvant, en faisant percoler ce  
dernier sur un lit de produit adsorbant apte à fixer cette  
eau de façon sélective.

15 - on règle les conditions de température et de  
pression de façon à obtenir, dans une enceinte (9), deux  
phases, à savoir une première phase essentiellement  
constituée du fluide solvant à l'état gazeux et une seconde  
phase constituée d'un mélange de liquides formé de fluide  
20 solvant et des extraits du produit,

- on fait percoler ces deux phases à travers un  
support poreux apte à adsorber les extraits,

- on vaporise le fluide solvant contenu dans la  
seconde phase.

25 2.- Procédé selon la revendication 1 caractérisé en  
ce que le fluide solvant est constitué de dioxyde de  
carbone, de protoxyde d'azote ou d'un hydrocarbure léger  
ayant de 2 à 8 atomes de carbone.

30 3.- Procédé suivant l'une des revendications  
précédentes caractérisé en ce que le fluide solvant est un



fluide pur.

4.- Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2 caractérisé en ce que le fluide solvant est additionné d'au moins un co-solvant.

5 5.- Procédé suivant la revendication 4 caractérisé en ce que le co-solvant est constitué d'un alcool et préférablement d'éthanol, et/ou d'une cétone et préférablement d'acétone, et/ou d'un ester et préférablement d'acétate d'éthyle.

10 6.- Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que la première étape d'extraction est réalisée à une pression comprise entre 7,4 MPa et 80 MPa, et préférablement entre 10 MPa et 40 MPa, et à une température comprise entre 0°C et 80°C.

15 7.- Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que la percolation des deux phases à travers le support poreux est effectuée à une pression comprise entre 1 MPa et 10 MPa, et préférablement entre 4 MPa et 8 Mpa, et à une température comprise entre 20 0°C et 80°C.

8.- Installation d'extraction/imprégnation comprenant un extracteur (1) et une enceinte d'imprégnation (9) contenant un milieu poreux, l'extracteur (1) contenant un produit dont on souhaite extraire les composés, qui est 25 traversé à cet effet par au moins un fluide solvant à pression supercritique, caractérisé en ce qu'il comporte successivement, en aval de l'extracteur (1), des moyens (5) d'élimination de l'eau contenue dans les composés extraits, des moyens d'apport d'enthalpie (11) aptes à créer, dans 30 l'enceinte d'imprégnation (9) deux phases, à savoir une



première phase essentiellement constituée du fluide solvant à l'état gazeux et une seconde phase constituée d'un mélange de liquides formé de fluide solvant et des extraits du produit, de façon à réaliser l'adsorption par le milieu poreux des composés extraits.

9.- Installation suivant la revendication 8 caractérisée en ce que les moyens d'apport d'enthalpie sont constitués d'une double enveloppe (11) à circulation de fluide caloporeur.

10 10.- Installation suivant l'une des revendications 8 ou 9 caractérisée en ce que l'extracteur (1) est constitué d'une colonne de fractionnement fonctionnant à contre-courant, adaptée au traitement de matières premières liquides.

15 11.- Installation suivant l'une des revendications 8 à 10 caractérisée en ce qu'elle comporte des moyens d'injection d'un co-solvant organique au sein du fluide solvant.



(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION  
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété  
Intellectuelle  
Bureau international



(43) Date de la publication internationale  
5 avril 2001 (05.04.2001)

PCT

(10) Numéro de publication internationale  
**WO 01/23064 A1**

(51) Classification internationale des brevets<sup>7</sup>: B01D 11/02

(72) Inventeurs; et

(21) Numéro de la demande internationale:

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement): PERRUT,  
Michel [FR/FR]; 25, rue de Santifontaine, F-54000 Nancy  
(FR). MAJEWSKI, Wieslaw [FR/FR]; 4, terrasse des Vos-  
ges, F-54520 Laxou (FR).

PCT/FR00/02668

(74) Mandataires: BRUDER, Michel etc.; Cabinet Bruder, 46,  
rue Decamps, F-75116 Paris (FR).

(22) Date de dépôt international:

27 septembre 2000 (27.09.2000)

(81) États désignés (national): JP, US.

(25) Langue de dépôt:

français

(84) États désignés (régional): brevet européen (AT, BE, CH,  
CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT,  
SE).

(26) Langue de publication:

français

Publiée:

— Avec rapport de recherche internationale.

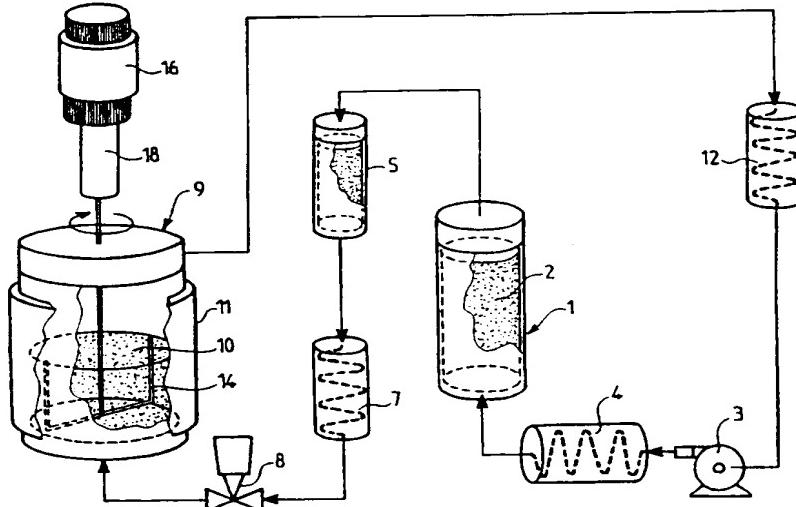
(30) Données relatives à la priorité:

99/12005 27 septembre 1999 (27.09.1999) FR

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: METHOD AND INSTALLATION FOR SETTING IN ADSORBED STATE ON A POROUS SUPPORT ACTIVE COMPOUNDS CONTAINED IN A PRODUCT

(54) Titre: PROCEDE ET INSTALLATION DE MISE A L'ETAT ADSORBE SUR UN SUPPORT POREUX DE COMPOSES ACTIFS CONTENUS DANS UN PRODUIT



(57) Abstract: The invention concerns a method and an installation for setting in adsorbed state, on a porous support, compounds contained in a product comprising a first step which consists in extracting the compounds by contacting the product with at least a solvent at supercritical pressure to obtain a mixture of extracts and solvent. The method is characterised in that it comprises a second step which consists in eliminating the water contained in the mixture of extracts and solvent, adjusting the temperature and pressure conditions so as to obtain, a first phase consisting of solvent in gaseous state and a second phase consisting of a mixture of liquids formed of solvent and extracts of the products; causing said two phases to trickle through a porous support adapted to adsorb the extracts; vaporizing the solvent contained in the second phase.

[Suite sur la page suivante]

WO 01/23064 A1



*En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.*

---

(57) Abrégé: La présente invention concerne un procédé et une installation permettant la mise à l'état adsorbé, sur un support poreux, de composés contenus dans un produit, dans lequel, au cours d'une première étape, on réalise l'extraction des composés en mettant en contact avec le produit au moins un solvant à pression supercritique conduisant à l'obtention d'un mélange d'extraits et de solvant. Le procédé est caractérisé en ce que, dans une seconde étape on élimine l'eau contenue dans le mélange d'extraits et de solvant, on règle les conditions de température et de pression de façon à obtenir, une première phase constituée du solvant à l'état gazeux et une seconde phase constituée d'un mélange de liquides formé de solvant et des extraits du produit, on fait percoler ces deux phases à travers un support poreux apte à adsorber les extraits, on vaporise le solvant contenu dans la seconde phase.

**PROCÉDÉ ET INSTALLATION DE MISE A L'ÉTAT ADSORBÉ SUR UN SUPPORT POREUX DE COMPOSÉS ACTIFS CONTENUS DANS UN PRODUIT**

La présente invention concerne un procédé et une installation permettant, industriellement, la mise à l'état adsorbé, sur un support poreux, de certains composés actifs contenus dans des produits naturels ou synthétiques. Plus précisément une telle opération sera effectuée après une phase préliminaire au cours de laquelle lesdits composés actifs seront extraits de ces produits à l'aide d'un solvant porté à pression supercritique, c'est-à-dire un fluide en état supercritique ou un liquide subcritique.

On sait en effet que les corps sont généralement connus sous trois états, à savoir solide, liquide ou gazeux et que l'on passe de l'un à l'autre en faisant varier la température et/ou la pression. Or il existe un point au-delà duquel on peut passer de l'état liquide à l'état gaz ou vapeur sans passer par une ébullition ou à l'inverse par une condensation, mais de façon continue : ce point est appelé le point critique.

On sait également qu'un fluide en état supercritique, c'est-à-dire un fluide qui est dans un état caractérisé soit par une pression et une température respectivement supérieures à la pression et à la température critiques dans le cas d'un corps pur, soit par un point représentatif (pression, température) situé au-delà de l'enveloppe des points critiques représentés sur un diagramme (pression, température) dans le cas d'un mélange, présente, pour de très nombreuses substances, un pouvoir solvant élevé sans commune mesure avec celui observé dans ce même fluide à

l'état de gaz comprimé. Il en est de même des liquides dits "subcritiques" c'est-à-dire des liquides qui se trouvent dans un état caractérisé soit par une pression supérieure à la pression critique et par une température inférieure à la température critique dans le cas d'un corps pur, soit par une pression supérieure aux pressions critiques et une température inférieure aux températures critiques des composants dans le cas d'un mélange (voir à ce sujet l'article de Michel PERRUT - Les Techniques de l'Ingénieur 10 "Extraction par fluide supercritique, J 2 770 - 1 à 12, 1999").

Les variations importantes et modulables du pouvoir solvant des fluides supercritiques sont d'ailleurs utilisées dans de nombreux procédés d'extraction 15 (solide/fluide), de fractionnement (liquide/fluide), de chromatographie analytique ou préparative, de traitement des matériaux (céramiques, polymères,...). Des réactions chimiques ou biochimiques sont également réalisées dans de tels solvants. Il est à noter que les propriétés physico-chimiques du dioxyde de carbone ainsi que ses paramètres critiques (pression critique : 7,4 MPa et température critique : 31°C) en font le solvant préféré dans de nombreuses applications, d'autant qu'il ne présente pas de toxicité et est disponible à très bas prix en très grande 20 quantité. Solvant non polaire, le dioxyde de carbone porté à pression supercritique est parfois additionné d'un co-solvant constitué notamment par un solvant organique polaire qui a pour fonction de modifier le pouvoir solvant de façon notable, surtout vis-à-vis de molécules présentant 25 une certaine polarité, l'éthanol étant souvent utilisé à 30

cette fin. Toutefois, certains composés sont plus favorablement extraits par un hydrocarbure léger ayant de 2 à 5 atomes de carbone, et plus favorablement, de 2 à 4 atomes de carbone, à pression supercritique.

5 L'un des avantages principaux des procédés utilisant des fluides à pression supercritique en tant que solvants réside dans la facilité de réaliser la séparation entre le solvant et les extraits et solutés, ainsi qu'il a été décrit dans de nombreuses publications et, pour certains 10 aspects importants de mise en oeuvre, dans le brevet français FR-A-2 584 618. Les propriétés intéressantes de ces fluides sont d'ailleurs utilisées depuis longtemps en extraction solide-fluide et fractionnement liquide-fluide, ainsi qu'il est décrit dans l'article cité précédemment.

15 On sait enfin que l'extraction de produits naturels par un fluide à pression supercritique conduit à des extraits de très grande qualité qui sont de plus en plus utilisés dans de nombreuses applications. Toutefois, ces extraits, comme d'ailleurs les extraits obtenus avec 20 d'autres moyens comme par exemple l'extraction par solvant organique, se présentent souvent comme des produits très visqueux ou même pâteux, dont la manipulation n'est pas aisée ; si bien que leur incorporation dans des supports solides, le dosage et le mélange avec une matrice et, 25 éventuellement d'autres principes actifs, au sein d'un excipient solide sont très difficiles. On est parfois contraint de les mettre en solution dans un solvant organique pour réaliser l'imprégnation d'un excipient solide, ce qui est regrettable puisque disparaît ainsi un 30 avantage déterminant dans de nombreuses applications pour

lesquelles il y a lieu d'éviter tout contact du produit avec un solvant organique.

La présente invention a pour but de proposer des moyens permettant, à des fins de production industrielle, 5 d'extraire des principes actifs d'intérêt notamment pharmaceutique, cosmétologique, diététique, de matières premières diverses dans lesquelles ils se trouvent dilués, en concentration variable, selon l'origine de ces matières premières et la période de leur récolte, comme c'est 10 toujours le cas pour les produits d'origine naturelle, et de fixer l'extrait obtenu au cours de l'extraction dans une matrice poreuse adéquate par imprégnation en une seule et même opération.

Suivant l'invention on couple l'opération 15 d'extraction par fluide à pression supercritique, avec une seconde opération au cours de laquelle on réalise, de façon simultanée, la séparation de l'extrait mélangé au fluide solvant et l'imprégnation d'un milieu poreux par cet extrait.

20 La présente invention a ainsi pour objet un procédé de mise à l'état adsorbé, sur un support poreux, de composés contenus dans un produit, dans lequel, au cours d'une première étape, on réalise l'extraction des composés en mettant en contact avec le produit au moins un fluide 25 solvant à pression supercritique conduisant à l'obtention d'un mélange d'extraits et de fluide solvant, caractérisé en ce que, dans une seconde étape on élimine l'eau contenue dans le mélange d'extraits et de fluide solvant, on règle les conditions de température et de pression de façon à 30 obtenir, dans une enceinte, deux phases, à savoir une

première phase essentiellement constituée du fluide solvant à l'état gazeux et une seconde phase constituée d'un mélange de liquides formé de fluide solvant et des extraits du produit, on fait percoler ces deux phases à travers un support poreux apte à adsorber les extraits, on vaporise le fluide solvant contenu dans la seconde phase.

Préférentiellement on assurera l'élimination de l'eau en faisant percoler le mélange d'extraits et de fluide solvant sur un lit de produit adsorbant apte à fixer l'eau de façon sélective.

Le fluide solvant pourra être constitué de dioxyde de carbone pur, de protoxyde d'azote ou d'un hydrocarbure léger comptant de 2 à 4 atomes de carbone. Le fluide solvant pourra être pur ou éventuellement additionné d'un ou plusieurs co-solvants. Ainsi le fluide solvant pourra notamment être constitué d'un mélange de dioxyde de carbone avec au moins un co-solvant constitué d'un alcool et préférablement d'éthanol, d'une cétone et préférablement d'acétone, d'un ester et préférablement d'acétate d'éthyle.

Préférentiellement la première étape d'extraction pourra être réalisée à une pression comprise entre 7,4 MPa et 80 MPa, et préférablement entre 10 MPa et 40 MPa, et à une température comprise entre 0°C et 80°C. De même la percolation des deux phases à travers le support poreux pourra être effectuée à une pression comprise entre 1 MPa et 10 MPa, et préférablement entre 4 MPa et 8 Mpa, et à une température comprise entre 0°C et 80°C.

La présente invention a également pour objet une installation d'extraction/imprégnation du type comportant un extracteur contenant un produit dont on souhaite

extraire les composés, qui est traversé à cet effet par au moins un fluide solvant à pression supercritique, caractérisé en ce qu'il comporte successivement, en aval de l'extracteur, des moyens d'élimination de l'eau contenue 5 dans les composés extraits, des moyens aptes à créer, dans une enceinte d'imprégnation contenant un milieu poreux, deux phases, à savoir une première phase essentiellement constituée du fluide solvant à l'état gazeux et une seconde phase constituée d'un mélange de liquides formé de fluide 10 solvant et des extraits du produit, de façon à réaliser l'adsorption par le milieu poreux des composés extraits. L'enceinte d'imprégnation pourra comporter des moyens d'apport d'enthalpie, notamment constitués d'une double enveloppe à circulation de fluide caloporeur.

15 L'installation pourra également comporter, en aval de l'enceinte d'imprégnation, des moyens de condensation du fluide solvant.

Dans une variante de mise en oeuvre de l'invention 20 l'extracteur pourra être constitué d'une colonne de fractionnement fonctionnant à contre-courant, adaptée au traitement de matières premières liquides.

On décrira ci-après, à titre d'exemples non limitatifs, diverses formes d'exécution de la présente invention, en référence à la figure unique annexée qui 25 représente de façon schématique une installation permettant de mettre en oeuvre le procédé suivant l'invention.

Comme il a été décrit en détail dans l'article et le brevet cités précédemment, on sait que les procédés d'extraction et de fractionnement utilisant un fluide à 30 pression supercritique comprennent deux étapes successives:

une première étape au cours de laquelle le fluide solvant est mis en contact avec la matière première à traiter, dans des conditions de pression et de température telles que son pouvoir solvant vis-à-vis des composés à extraire est 5 élevé, et une seconde étape durant laquelle le fluide est placé dans des conditions de pression et de température telles que son pouvoir solvant est très faible vis-à-vis des produits qu'il a extraits de la matière première lors de l'étape antérieure, ce qui permet la séparation de ces 10 extraits, le fluide étant ensuite recyclé. A la différence des mises en oeuvre classiques consistant à séparer les deux phases obtenues lors de cette seconde étape dans des séparateurs gravitaires ou inertIELS, le procédé selon l'invention consiste à faire percoler le mélange de ces 15 deux phases au sein d'un milieu poreux.

On a remarqué que si l'on opère sans précaution particulière, les extraits ne se répartissent pas de façon homogène sur et à l'intérieur du milieu poreux et, même en procédant à l'agitation de ce milieu poreux s'il est sous 20 forme pulvérulente ou granulaire, par exemple à l'aide d'une turbine en rotation, on obtient en général des grumeaux de taille variable résultant de l'agglomération des particules du milieu poreux par les extraits qui, au lieu de pénétrer dans les pores, restent en surface sans 25 répartition homogène. De plus, les produits naturels, susceptibles d'être avantageusement traités par un procédé de ce type, ayant toujours une certaine teneur en eau, les extraits contiennent toujours de l'eau dont la présence complique leur adsorption sur les supports poreux ou 30 excipients car la plupart de ceux-ci ont une grande

affinité pour l'eau, si bien que leur structure et leurs propriétés mécaniques sont gravement altérées par l'eau ainsi apportée par le fluide en même temps que les extraits visés.

5 Par contre, lorsque l'on piège l'eau, notamment par un adsorbant sélectif, et que l'on opère ensuite l'imprégnation du milieu poreux dans des conditions de pression et de température déterminées, on constate que, de façon surprenante, les extraits imprègnent ce milieu poreux  
10 de manière très homogène et reproductible, donnant par exemple naissance à une poudre non collante et présentant une bonne fluidité dans le cas où le milieu poreux initial présente également ces caractéristiques.

On décrira ci-après, en regard de la figure unique un  
15 exemple d'installation permettant de mettre en oeuvre le procédé suivant l'invention.

Cette installation est dérivée d'une unité classique  
d'extraction par fluide à pression supercritique destinée  
au traitement de matières solides en discontinu. Elle  
20 comprend un extracteur 1 contenant un panier 2 destiné à recevoir la matière première à traiter, et une pompe à membrane 3 qui distribue du dioxyde de carbone liquide à la pression de travail, au travers d'un échangeur de chaleur 4 permettant de chauffer le fluide à la température de  
25 travail. A la différence des installations classiques d'extraction par fluide à pression supercritique, le fluide sortant de l'extracteur 1 est conduit dans un récipient 5 qui contient un milieu poreux adsorbant sélectif de l'eau, tel que notamment du tamis moléculaire 3A. Le fluide qui  
30 est dans les mêmes conditions de pression et de température

que celles régnant dans l'extracteur 1, percole à travers le milieu poreux où il abandonne l'eau qu'il contient.

Le récipient 5 est réuni à une vanne de détente 8 par l'intermédiaire d'un échangeur réchauffeur 7. La sortie de la vanne 8 est reliée au fond d'une enceinte d'imprégnation 9 qui contient le milieu poreux 10 dans lequel on souhaite adsorber les extraits. L'enceinte 9 comporte des moyens de chauffage constitués par exemple d'une double enveloppe 11 dans laquelle circule un fluide caloporteur, ce qui permet d'avoir une bonne vaporisation du fluide solvant. On a donc dans ces conditions, dans l'enceinte d'imprégnation 9, une phase gazeuse constituée par du fluide solvant et une phase liquide constituée des extraits et du fluide solvant.

Le milieu poreux 10 est choisi en fonction de l'utilisation ultérieure que l'on souhaite faire du produit final, que ce soit un milieu granulaire ou pulvérulent particulièrement adapté pour une utilisation en diététique, en pharmacie ou en cosmétique, ou un milieu massif. Dans le cas le plus fréquent où ce milieu se présente sous forme granulaire ou pulvérulente, une mise en oeuvre particulièrement avantageuse consiste à agiter ce milieu poreux au sein de l'enceinte d'imprégnation 9 par tout moyen adéquat, par exemple au moyen d'une turbine 14 mue par un moteur électrique 16 via un système d'entraînement magnétique 18.

La partie supérieure de l'enceinte 9 est réunie à la pompe 3 au travers d'un condenseur 12.

On peut bien entendu, suivant l'invention, utiliser tout autre système de séparation, et on pourrait remplacer l'extracteur 1 par une colonne de fractionnement permettant

le traitement de matières premières à l'état liquide en continu ou en discontinu, le fluide sortant de la colonne étant traité de la même manière que celle décrite précédemment.

5         Dans une variante de l'invention, on utilise une pompe annexe pour introduire dans l'extracteur 1 un ou plusieurs co-solvants organiques permettant de modifier le pouvoir solvant et la polarité du fluide solvant. Souvent, on choisit d'ajouter de l'éthanol qui peut être de 10 qualité alimentaire ou CODEX selon la destination des produits ainsi élaborés. On peut aussi favorablement utiliser comme co-solvant un hydrocarbure léger ayant entre 2 et 8 atomes de carbone. Dans le cas où l'on utilise un co-solvant, on choisirra naturellement un milieu poreux qui 15 n'est pas altéré par ce co-solvant. De plus, en fin d'opération d'extraction-imprégnation, on prendra soin de balayer le milieu poreux avec du fluide solvant pur sans co-solvant afin d'éliminer le co-solvant adsorbé.

On a constaté que, dans ces conditions, l'on obtenait 20 une excellente diffusion du fluide au travers des pores du milieu poreux et corrélativement l'entraînement dans ces derniers des extraits et leur adsorption dans les pores.

Un apport d'enthalpie est requis pour maintenir une quantité constante de fluide à l'état liquide au sein de 25 l'enceinte d'imprégnation 9, à mesure qu'est injecté le fluide provenant de l'extraction et qu'est donc vaporisé un débit identique de fluide qui sort de cette enceinte à l'état gazeux. Cet apport d'enthalpie doit être soigneusement réglé afin d'éviter soit, s'il est 30 insuffisant, l'accumulation de fluide liquéfié dans le

récipient d'imprégnation qui finirait par ressortir sous cette forme liquide en emportant une partie des extraits, soit, s'il est trop important, la vaporisation totale du fluide et la précipitation non contrôlée des extraits.

5        Comme il sera illustré dans les exemples suivants de mise en oeuvre du procédé et de l'installation selon l'invention, il est surprenant de réaliser l'extraction et d'obtenir une imprégnation très homogène de différents excipients par les extraits en une seule opération, sans  
10      avoir jamais à manipuler les extraits eux-mêmes, ce qui ne peut qu'éviter tout risque de dégradation par oxydation à l'air ou par l'exposition à la chaleur, puisque tout contact avec l'air est évité et l'ensemble des opérations est conduit à une température voisine de l'ambiente.

15      On décrira ci-après plusieurs exemples de l'invention qui ont été mis en oeuvre avec l'installation précédemment décrite et dont les paramètres de fonctionnement étaient les suivants :

	Volume du panier 2	: 0,5 l
20	Débit de la pompe 3	: 1 à 5 kg/h
	Pression de travail	: de l'ordre de 30 MPa
	Température de travail	: entre 10°C et 80°C
	Contenu du récipient 5	: 100g de zéolithe 3A
	Volume de l'enceinte d'imprégnation 9	: 4,5 l
25	Matériau poreux	: poudre de maltodextrine de qualité alimentaire obtenue par hydrolyse partielle d'amide de maïs.
30	Vitesse de rotation de la turbine 18	: 120 tours/minute

Exemple 1: Extraction et imprégnation de KAVA-KAVA:

Kava-kava est le nom local d'un arbuste sauvage des îles du Pacifique, identifié comme *Piper methysticum* ou *Piper wichmanni*, dont les racines contiennent des produits de 5 grand intérêt pharmacologique appelés kavalactones, largement utilisés sous différentes formes comme tranquillisant et euphorisant naturel.

L'extraction a été conduite sur 100 g de poudre de racines séchées, broyées vers 200 µm environ, avec un débit 10 de 3 kg/h de dioxyde de carbone à 25 MPa et 40°C, et a fourni un extrait qui se présente comme une pâte très visqueuse jaune foncé à odeur caractéristique. Après adsorption de l'eau le fluide a été détendu à 6 MPa et injecté par le bas dans l'enceinte d'imprégnation 15 contenant 100 g de maltodextrine. On a observé que le gaz comprimé sortant par le haut de l'enceinte 9 possédait une température constante voisine de 40°C en régime établi. Après avoir poursuivi l'opération pendant 510 min, l'enceinte d'imprégnation 9 a été décomprimée et l'on a récupéré dans celle-ci 114,8 g d'une poudre jaune vif, présentant l'odeur caractéristique de l'extrait de kava-kava et coulant sans problème en l'absence de tout grumeau ou agglomérat, idéale pour la fabrication de comprimés, en mélange éventuel avec un excipient ou d'autres principes 20 actifs. Un échantillon de cette poudre a été réextrait au chloroforme et analysé par chromatographie en phase gazeuse. On a constaté que l'extrait fixé sur la maltodextrine était constitué de 89% en masse de kavalactones dont l'identification permet de vérifier que 25 l'abondance relative de chacun de ces composés est conforme 30

avec ce qui est trouvé dans un extrait classique. Ceci confirme donc à la fois la haute sélectivité de l'extraction par le dioxyde de carbone à pression supercritique et la fixation complète de l'extrait sur la 5 maltodextrine.

Exemple 2: Extraction et imprégnation de KAVA-KAVA:

On a procédé à une seconde opération dans des conditions identiques à celles utilisées dans l'exemple 1, à la différence que, cette fois, la masse initiale de 10 maltodextrine était de 50 g seulement. Après 510 min d'opération on a obtenu 65,6 g de poudre dont les caractéristiques sont identiques à celles de la poudre obtenue à l'exemple 1, à la différence que sa couleur et son odeur sont plus intenses. L'analyse de l'extrait fixé a 15 révélé un pourcentage en kavalactones de 91% en masse, avec une répartition entre les différents composés quasi identique à celle observée dans l'exemple précédent. Ceci montre que l'on peut charger la maltodextrine d'au moins 30% en masse d'extrait.

Exemple 3: Extraction et imprégnation de KAVA-KAVA :

On a procédé à une troisième opération dans des conditions identiques à celles utilisées dans l'exemple 2, à la différence que, cette fois, on a choisi un milieu poreux composé d'un mélange intime de poudres de maltodextrine et 25 de lécithine de soja de qualité alimentaire, à raison de 45 g de maltodextrine pour 5 g de lécithine. La masse initiale de milieu poreux a été fixée à 50 g. Après 510 min d'opération on a obtenu 64,2 g de poudre, dont les caractéristiques se sont révélées voisines de celles de la 30 poudre obtenue à l'exemple 1, à la différence que sa

couleur et son odeur sont plus intenses. L'analyse de l'extrait fixé a conduit à un pourcentage en kavalactones de 90% en masse, avec une répartition entre les différents composés quasi identique à celle observée dans l'exemple 5 précédent. Cette poudre présente ainsi l'avantage, par rapport aux poudres obtenues dans les exemples 1 et 2, de se disperser plus facilement dans l'eau, donnant lieu à un trouble ressemblant à celui obtenu en diluant du pastis dans l'eau. On peut donc non seulement l'utiliser dans des 10 formulations sèches, telles que les comprimés, mais également sous forme d'une poudre à délayer dans l'eau pour préparer une potion buvable.

Exemple 4: Extraction et imprégnation d'un épice (Curcuma) :

15 L'extraction a été conduite sur une masse totale de 800 g du Curcuma moulu, répartie en 4 lots de 200 g placés successivement dans l'extracteur 1 avec un débit de 2,4kg/h de dioxyde de carbone à 40°C et 29 MPa. Après élimination de l'eau ce dernier a été détendu à 5 MPa et injecté par le 20 bas dans l'enceinte d'imprégnation 9 contenant une masse de 400 g de maltodextrine qui a été imprégnée successivement avec les extraits issus des quatre lots. Après avoir poursuivi l'opération pendant quatre périodes de 50 min chacune, l'on a récupéré 445 g d'une poudre orangée très 25 homogène, présentant l'odeur et le goût caractéristique de l'extrait du Curcuma.

Exemple 5: Extraction et imprégnation d'un mélange d'épices (Poivre noir + Paprika doux).

On a procédé à une opération d'extraction et 30 imprégnation des épices dans des conditions identiques à

celles utilisées dans l'exemple 4, à la différence que,  
cette fois, la charge était constituée d'un mélange de 180  
g de poivre et de 20 g de paprika. Après avoir passé 8,4 kg  
de dioxyde de carbone, on a obtenu 412 g de poudre rouge  
5 très homogène en l'absence de grumeau ou agglomérat.

REVENDICATIONS

1.- Procédé de mise à l'état adsorbé, sur un support poreux, de composés contenus dans un produit, dans lequel,  
5 au cours d'une première étape, on réalise l'extraction des composés en mettant en contact avec le produit au moins un fluide solvant à pression supercritique conduisant à l'obtention d'un mélange d'extraits et de fluide solvant, caractérisé en ce que, dans une seconde étape :

10 - on élimine l'eau contenue dans le mélange d'extraits et de fluide solvant,

- on règle les conditions de température et de pression de façon à obtenir, dans une enceinte (9), deux phases, à savoir une première phase essentiellement  
15 constituée du fluide solvant à l'état gazeux et une seconde phase constituée d'un mélange de liquides formé de fluide solvant et des extraits du produit,

- on fait percoler ces deux phases à travers un support poreux apte à adsorber les extraits,

20 - on vaporise le fluide solvant contenu dans la seconde phase.

2.- Procédé suivant la revendication 1 caractérisé en ce que l'on assure l'élimination de l'eau en faisant percoler le mélange d'extraits et de fluide solvant sur un  
25 lit de produit adsorbant apte à fixer l'eau de façon sélective.

3.- Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2 caractérisé en ce que le fluide solvant est constitué de dioxyde de carbone, de protoxyde d'azote ou d'un  
30 hydrocarbure léger ayant de 2 à 8 atomes de carbone.

4.- Procédé suivant l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que le fluide solvant est un fluide pur.

5 5.- Procédé selon l'une des revendications 1 à 3 caractérisé en ce que le fluide solvant est additionné d'au moins un co-solvant.

10 6.- Procédé suivant la revendication 5 caractérisé en ce que le co-solvant est constitué d'un alcool et préféablement d'éthanol, et/ou d'une cétone et préféablement d'acétone, et/ou d'un ester et préféablement d'acétate d'éthyle.

15 7.- Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que la première étape d'extraction est réalisée à une pression comprise entre 7,4 MPa et 80 MPa, et préféablement entre 10 MPa et 40 MPa, et à une température comprise entre 0°C et 80°C.

20 8.- Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que la percolation des deux phases à travers le support poreux est effectuée à une pression comprise entre 1 MPa et 10 MPa, et préféablement entre 4 MPa et 8 Mpa, et à une température comprise entre 0°C et 80°C.

25 9.- Installation d'extraction/imprégnation du type comportant un extracteur (1) contenant un produit dont on souhaite extraire les composés, qui est traversé à cet effet par au moins un fluide solvant à pression supercritique, caractérisé en ce qu'il comporte successivement, en aval de l'extracteur (1), des moyens (5) d'élimination de l'eau contenue dans les composés extraits, 30 des moyens aptes à créer, dans une enceinte d'imprégnation

(9) contenant un milieu poreux, deux phases, à savoir une première phase essentiellement constituée du fluide solvant à l'état gazeux et une seconde phase constituée d'un mélange de liquides formé de fluide solvant et des extraits 5 du produit, de façon à réaliser l'adsorption par le milieu poreux des composés extraits.

10.- Installation suivant la revendication 9 caractérisée en ce que l'enceinte d'imprégnation (9) comporte des moyens d'apport d'enthalpie (11).

11.- Installation suivant la revendication 10 caractérisée en ce que les moyens d'apport d'enthalpie sont constitués d'une double enveloppe (11) à circulation de fluide caloporteur.

12.- Installation suivant l'une des revendications 9 15 à 11 caractérisée en ce que l'extracteur (1) est constitué d'une colonne de fractionnement fonctionnant à contre-courant, adaptée au traitement de matières premières liquides.

13.- Installation suivant l'une des revendications 9 20 à 12 caractérisée en ce qu'elle comporte des moyens d'injection d'un co-solvant organique au sein du fluide solvant.

1/1

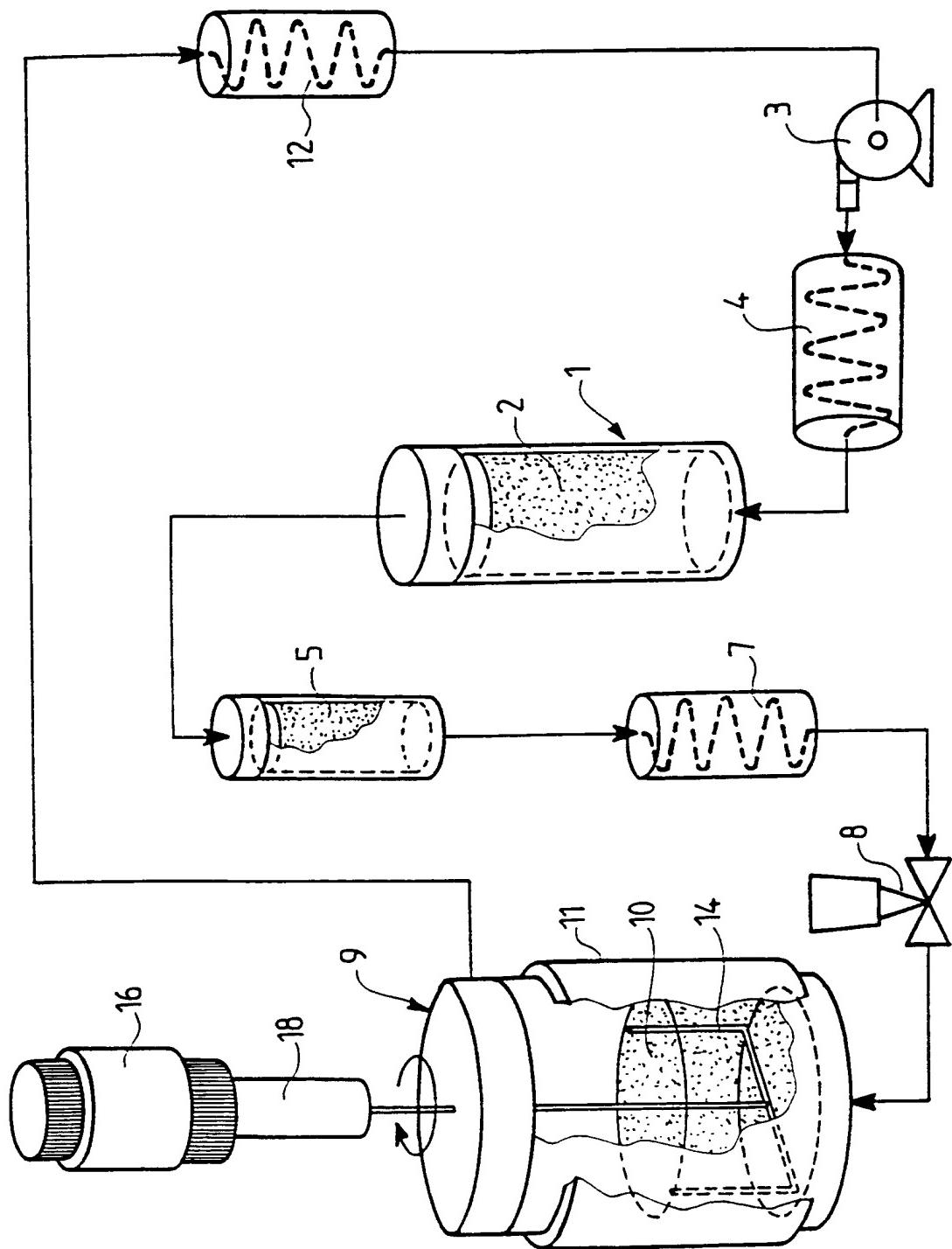
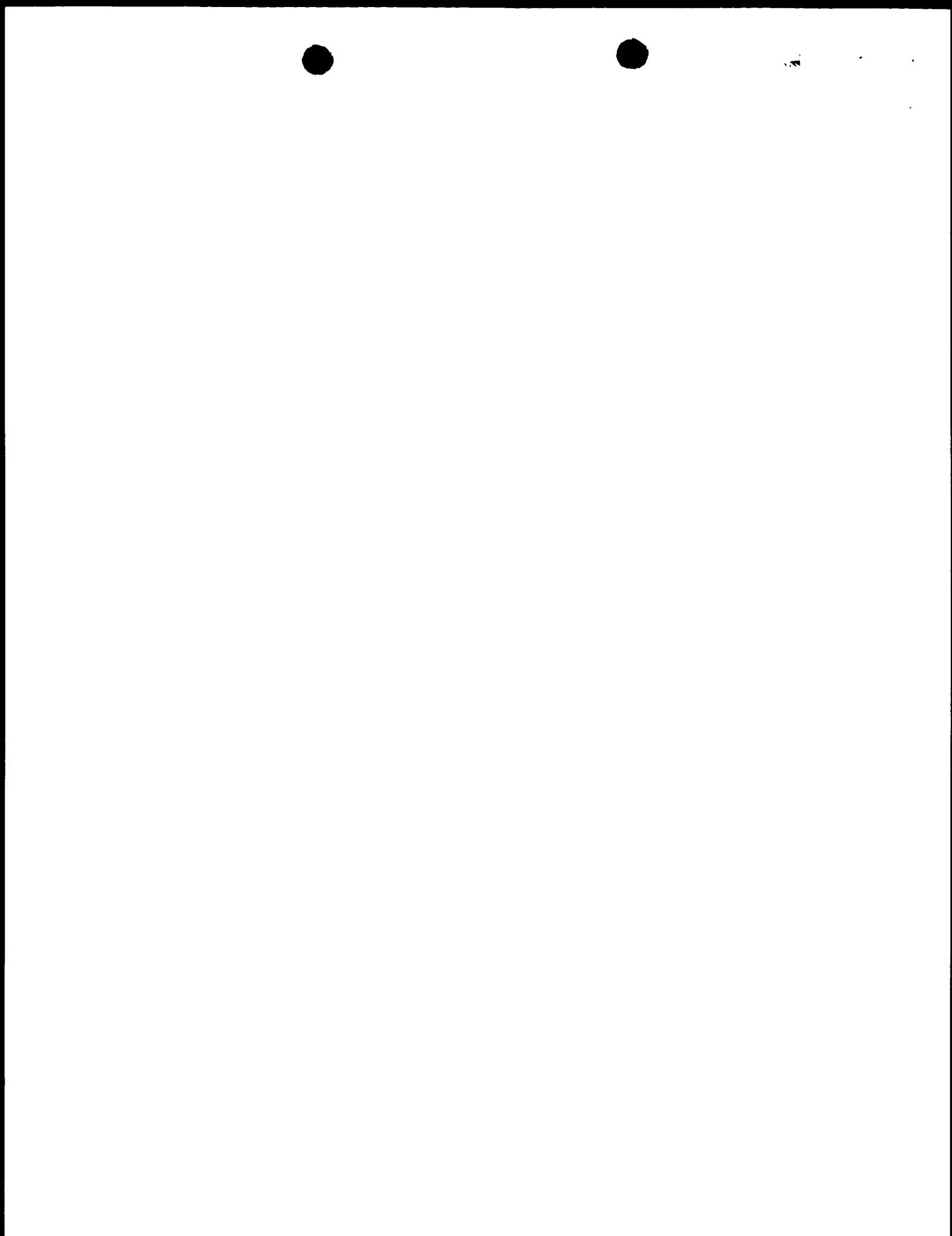


FIGURE UNIQUE



## TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

## PCT

## RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

(article 18 et règles 43 et 44 du PCT)

Référence du dossier du déposant ou du mandataire <b>SPX-PCT-7</b>	<b>POUR SUITE A DONNER</b>	voir la notification de transmission du rapport de recherche internationale (formulaire PCT/ISA/220) et, le cas échéant, le point 5 ci-après
Demande internationale n° <b>PCT/FR 00/ 02668</b>	Date du dépôt international(jour/mois/année) <b>27/09/2000</b>	(Date de priorité (la plus ancienne) (jour/mois/année) <b>27/09/1999</b>
Déposant <b>SEAREX (SOCIETE ANONYME)</b>		

Le présent rapport de recherche internationale, établi par l'administration chargée de la recherche internationale, est transmis au déposant conformément à l'article 18. Une copie en est transmise au Bureau international.

Ce rapport de recherche internationale comprend **2** feuilles.

Il est aussi accompagné d'une copie de chaque document relatif à l'état de la technique qui y est cité.

**1. Base du rapport**

- a. En ce qui concerne la **langue**, la recherche internationale a été effectuée sur la base de la demande internationale dans la langue dans laquelle elle a été déposée, sauf indication contraire donnée sous le même point.
- la recherche internationale a été effectuée sur la base d'une traduction de la demande internationale remise à l'administration.
- b. En ce qui concerne **les séquences de nucléotides ou d'acides aminés** divulguées dans la demande internationale (le cas échéant), la recherche internationale a été effectuée sur la base du listage des séquences :
- contenu dans la demande internationale, sous forme écrite.
- déposée avec la demande internationale, sous forme déchiffrable par ordinateur.
- remis ultérieurement à l'administration, sous forme écrite.
- remis ultérieurement à l'administration, sous forme déchiffrable par ordinateur.
- La déclaration, selon laquelle le listage des séquences présenté par écrit et fourni ultérieurement ne vas pas au-delà de la divulgation faite dans la demande telle que déposée, a été fournie.
- La déclaration, selon laquelle les informations enregistrées sous forme déchiffrable par ordinateur sont identiques a celles du listage des séquences présenté par écrit, a été fournie.

2.  **Il a été estimé que certaines revendications ne pouvaient pas faire l'objet d'une recherche** (voir le cadre I).
3.  **Il y a absence d'unité de l'invention** (voir le cadre II).

4. En ce qui concerne le **titre**,

- le texte est approuvé tel qu'il a été remis par le déposant.
- Le texte a été établi par l'administration et a la teneur suivante:

5. En ce qui concerne l'**abrégé**,

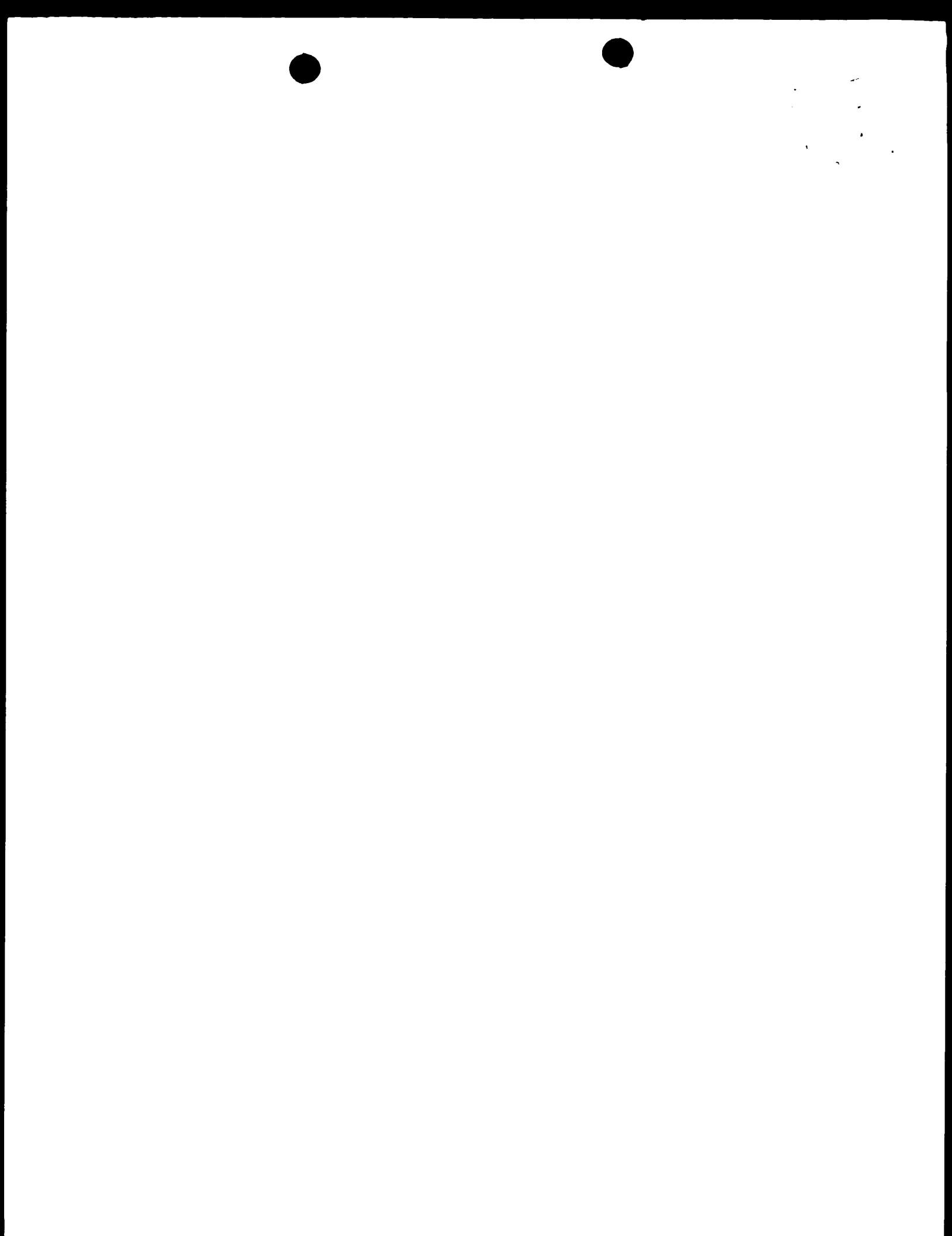
- le texte est approuvé tel qu'il a été remis par le déposant
- le texte (reproduit dans le cadre III) a été établi par l'administration conformément à la règle 38.2b). Le déposant peut présenter des observations à l'administration dans un délai d'un mois à compter de la date d'expédition du présent rapport de recherche internationale.

6. La figure **des dessins** à publier avec l'abrégé est la Figure n°

- suggérée par le déposant.
- parce que le déposant n'a pas suggéré de figure
- parce que cette figure caractérise mieux l'invention.

**1**

Aucune des figures n'est à publier.



**RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE**

Document International No

PCT/FR 00/02668

**A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE**  
CIB 7 B01D11/02

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

**B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE**

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 B01D

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porte la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

WPI Data, PAJ, EPO-Internal

**C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS**

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	EP 0 379 963 A (NIHON BUNKO) 1 août 1990 (1990-08-01) revendications 1,4; figure 1 ----	1,3-9
A	WO 91 14373 A (PORTWALL PTY LTD) 3 octobre 1991 (1991-10-03) revendications 1-16; figure 1 ----	1-9
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 14, no. 382, 17 août 1990 (1990-08-17) & JP 02 139003 A (NIPPON SANSO KK), 29 mai 1990 (1990-05-29) abrégé -----	1

Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

\* Catégories spéciales de documents cités:

- \*A\* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- \*E\* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- \*L\* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou citer pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- \*O\* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- \*P\* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- \*T\* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- \*X\* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- \*Y\* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- \*&\* document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

14 novembre 2000

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

21/11/2000

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale  
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.  
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autonome

Bertram, H

**RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE**

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande Internationale No

PCT/FR 00/02668

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)			Date de publication
EP 379963 A	01-08-1990	JP	2194802	A	01-08-1990
		JP	2839276	B	16-12-1998
		DE	69013702	D	08-12-1994
		DE	69013702	T	16-03-1995
		US	5013443	A	07-05-1991
-----					
WO 9114373 A	03-10-1991	AU	2040495	A	10-08-1995
		AU	7468191	A	21-10-1991
		AU	7547691	A	21-10-1991
		WO	9114377	A	03-10-1991
		CS	9100764	A	12-11-1991
		CS	9101593	A	12-11-1991
		AU	7468291	A	11-06-1992
		WO	9208363	A	29-05-1992
		CS	9100810	A	17-06-1992
		NZ	237639	A	27-04-1995
		ZA	9102129	A	25-03-1992
-----					
JP 02139003 A	29-05-1990	JP	1621734	C	09-10-1991
		JP	2048281	B	24-10-1990
-----					

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 00/02668

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**

IPC 7 B01D11/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 B01D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

WPI Data, PAJ, EPO-Internal

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category <sup>a</sup>	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 379 963 A (NIHON BUNKO) 1 August 1990 (1990-08-01) claims 1,4; figure 1 ---	1,3-9
A	WO 91 14373 A (PORTWALL PTY LTD) 3 October 1991 (1991-10-03) claims 1-16; figure 1 ---	1-9
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 14, no. 382, 17 August 1990 (1990-08-17) & JP 02 139003 A (NIPPON SANSO KK), 29 May 1990 (1990-05-29) abstract -----	1

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

<sup>a</sup> Special categories of cited documents :

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

\*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

\*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

\*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

\*&\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

Date of mailing of the international search report

14 November 2000

21/11/2000

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Bertram, H

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 00/02668

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
EP 379963	A 01-08-1990	JP JP DE DE US	2194802 A 2839276 B 69013702 D 69013702 T 5013443 A	01-08-1990 16-12-1998 08-12-1994 16-03-1995 07-05-1991
WO 9114373	A 03-10-1991	AU AU AU WO CS CS AU WO CS NZ ZA	2040495 A 7468191 A 7547691 A 9114377 A 9100764 A 9101593 A 7468291 A 9208363 A 9100810 A 237639 A 9102129 A	10-08-1995 21-10-1991 21-10-1991 03-10-1991 12-11-1991 12-11-1991 11-06-1992 29-05-1992 17-06-1992 27-04-1995 25-03-1992
JP 02139003	A 29-05-1990	JP JP	1621734 C 2048281 B	09-10-1991 24-10-1990